Environment Canada Environnement Canada

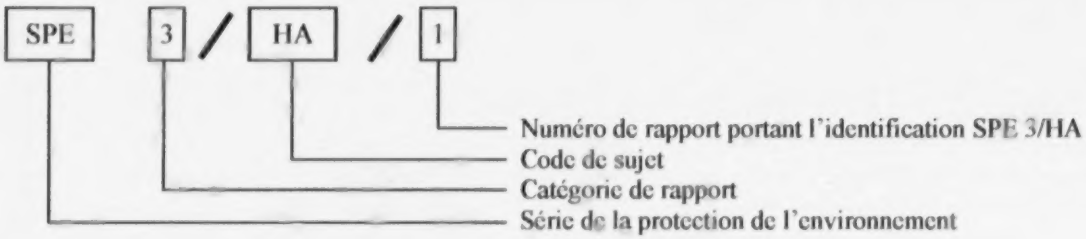
Guide d'échantillonnage et de préparation de sol contaminé aux fins d'essais biologiques

Rapport SPE 1/RM/53 – septembre 2012
Direction générale de la science et de la technologie
Environnement Canada

Canada

Série de la protection de l'environnement

Exemple de numérotation



Catégories

1 Règlements/Lignes directrices/Codes de pratiques
2 Évaluation des problèmes et options de contrôle
3 Recherche et développement technologique
4 Revues de la documentation
5 Inventaires, examens et enquêtes
6 Évaluations des impacts sociaux, économiques et environnementaux
7 Surveillance
8 Propositions, analyses et énoncés de principes généraux
9 Guides

Sujets

AG Agriculture
AN Technologie anaérobie
AP Pollution atmosphérique
AT Toxicité aquatique
CC Produits chimiques commerciaux
CE Consommateurs et environnement
CI Industries chimiques
FA Activités fédérales
FP Traitement des aliments
HA Déchets dangereux
IC Produits chimiques inorganiques
MA Pollution marine
MM Exploitation minière et traitement des minéraux
NR Régions nordiques et rurales
PF Papier et fibres
PG Production d'électricité
PN Pétrole et gaz naturel
RA Réfrigération et conditionnement d'air
RM Méthodes de référence
SF Traitement des surfaces
SP Déversements de pétrole et de produits chimiques
SRM Méthodes de référence normalisées
TS Transports
TX Textiles
UP Pollution urbaine
WP Protection et préservation du bois

Des sujets et des codes additionnels sont ajoutés au besoin. On peut obtenir une liste des publications de la Série de la protection de l'environnement à l'adresse suivante : Service des communications, Environnement Canada, Ottawa (Ontario) K1A 0H3.

Guide d'échantillonnage et de préparation de sol contaminé aux fins d'essais biologiques

Unité de l'élaboration et de l'application des méthodes
Direction générale de la science et de la technologie
Environnement Canada
Ottawa (Ontario)

Rapport SPE 1/RM/53
Septembre 2012

N° de cat.: EN49-7/1-53F
ISBN 978-1-100-99764-3

Le contenu de cette publication ou de ce produit peut être reproduit en tout ou en partie, et par quelque moyen que ce soit, sous réserve que la reproduction soit effectuée uniquement à des fins personnelles ou publiques mais non commerciales, sans frais ni autre permission, à moins d'avis contraire.

On demande seulement :

- de faire preuve de diligence raisonnable en assurant l'exactitude du matériel reproduit;
- d'indiquer le titre complet du matériel reproduit et l'organisation qui en est l'auteur;
- d'indiquer que la reproduction est une copie d'un document officiel publié par le gouvernement du Canada et que la reproduction n'a pas été faite en association avec le gouvernement du Canada ni avec l'appui de celui-ci.

La reproduction et la distribution à des fins commerciales sont interdites, sauf avec la permission écrite de l'administrateur des droits d'auteur de la Couronne du gouvernement du Canada, Travaux publics et Services gouvernementaux (TPSGC). Pour de plus amples renseignements, veuillez communiquer avec TPSGC au 613-996-6886 ou à droitdauteur.copyright@tpsgc-pwgsc.gc.ca.

Photos de la page couverture : © Environnement Canada

© Sa Majesté la Reine du chef du Canada, représentée par le ministre de l'Environnement, 2012

Also available in English

Commentaires

Prière d'adresser vos commentaires et observations sur la teneur du présent rapport à :

Richard P. Scroggins, chef
Section de l'évaluation biologique et normalisation
Direction générale de la science et de la technologie
Environnement Canada
335, River Road
Ottawa (ON) K1A 0H3

Lisa Taylor, gestionnaire
Unité de l'élaboration et de l'application des méthodes
Direction générale de la science et de la technologie
Environnement Canada
335, River Road
Ottawa (ON) K1A 0H3

This publication is also available in English from:

Environmental Protection Publications
Environment Canada
Ottawa (Ontario) K1A 0H3

Avis de révision

Le présent document a été révisé par le personnel de la Direction générale de la science et de la technologie d'Environnement Canada, et sa publication a été autorisée. La mention d'appellations commerciales ou de produits offerts sur le marché ne constitue pas une approbation, par Environnement Canada, de l'emploi de ces derniers. D'autres produits de valeur comparable peuvent être utilisés.

Résumé

Le présent document fournit aux évaluateurs et aux gestionnaires de lieux contaminés, de même qu'aux évaluateurs et aux gestionnaires du risque, de l'information sur la mise au point et l'application de pratiques exemplaires normalisées d'échantillonnage et de préparation de sol aux fins d'essais toxicologiques monospécifiques et d'essais microbiens. Le guide peut aussi servir à des essais plurispécifiques en microcosme. Les procédures détaillées qui y sont décrites ont trait à l'échantillonnage, à la manipulation, au transport, à l'entreposage et à la préparation de sol contaminé et de sol de référence à utiliser dans les essais biologiques et leurs compléments. Toutefois, ces procédures ne remplacent pas celles qui existent déjà pour l'échantillonnage, le prélèvement, la manipulation et la préparation de sol aux fins d'analyses chimiques.

Les essais biologiques propres à un site constituent un élément important de l'évaluation des lieux contaminés, car ils permettent de recueillir des données sur la toxicité intrinsèque d'un ou de plus d'un contaminant (et de ses mélanges dans le sol) et sur sa biodisponibilité dans les conditions propres au site. Le présent guide recommande de nombreux essais biologiques applicables à l'évaluation de la toxicité d'un lieu contaminé, dont des essais qui font appel à des plantes, des macro-invertébrés, des espèces mésofauniques et des micro-organismes ou qui ont trait à des processus à médiation microbienne. Des indications portent sur la pertinence de chacun des essais biologiques propres à un site, qui vont de l'analyse préalable à des évaluations du risque à des niveaux plus élevés. Le guide renferme également des études de cas sur l'utilisation de données d'essais biologiques dans la gestion de lieux contaminés.

Les modes opératoires généraux ou universels applicables aux préparatifs entourant le prélèvement d'échantillons de sol incluent les suivants : établissement des objectifs de l'étude; définition de la zone d'étude; collecte de données documentaires; levés du site, levés pédologiques et classification écologique du sol; choix des stratégies et des lieux d'échantillonnage; détermination du nombre et de la taille des échantillons à prélever; établissement de procédures adéquates d'assurance et de contrôle de la qualité; facteurs à prendre en considération en matière d'environnement, de santé et de sécurité; conception de plans d'échantillonnage. D'autres modes opératoires généraux ou universels ont trait au choix des échantillonneurs, au prélèvement d'échantillons de sol selon l'horizon ou la profondeur, à la manipulation des échantillons in situ, *au choix des récipients à échantillon et au transport des échantillons. Enfin, des modes opératoires généraux ou universels sont fournis à l'intention du personnel de laboratoire chargé de recevoir, de préparer et d'entreposer les échantillons de sol aux fins des essais biologiques. Les procédures de préparation du sol incluent le séchage, l'humectation, le tamisage, le broyage, l'homogénéisation, la reconstitution et la caractérisation des échantillons. Les annexes renferment des exemples d'échantillonneurs et de récipients, de même qu'un formulaire. On y trouve aussi, sous forme d'études de cas, des exemples précis sur la façon de choisir les stratégies d'échantillonnage et de calculer le nombre d'échantillons à prélever.*

Le présent document précise la marche à suivre et les points à examiner en fonction de la nature du ou des contaminants du sol, des exigences des essais biologiques et des objectifs de l'étude, notamment en ce qui a trait au prélèvement, à la manipulation et à la préparation de sol renfermant des contaminants volatils ou instables, de même qu'au conditionnement des échantillons de sol (p. ex., lavage et autoclavage). Une section supplémentaire renferme des conseils sur l'échantillonnage, la manipulation, le transport, l'entreposage et la préparation de sol provenant des plus grandes écozones du Canada, de la forêt boréale, de la taïga et de la toundra. Dans le cas des sols organiques et des milieux humides, certains des modes opératoires universels applicables à leur prélèvement, leur manipulation, leur transport, leur entreposage et leur préparation exigent des modifications. Les annexes renferment également une brève description de la classification écologique des terres, de la classification des sols et des plus importants ordres de sols du Canada.

Abstract

This document provides information for contaminated land site assessors, risk assessors, site managers, and risk managers on the design and implementation of a standardized, best practices approach for sampling and preparing soil for single-species toxicity and microbial tests. The guidance is also applicable for multi-species microcosm tests. Detailed procedures on the sampling, handling, transport, storage, and preparation of contaminated and reference soil for use in biological testing and complements are provided, but these do not replace the guidance that already exists for the sampling, collection, handling, and preparation of soils for chemical analyses.

Site-specific biological testing is an important component of contaminated land assessments as the data from site-specific biological testing integrate the inherent toxicity of the contaminant(s) and their mixtures in the soil with the bioavailability of the contaminant(s) under the specific conditions found at the site. Numerous biological tests are recommended in this document for the assessment of the toxicity of contaminated land including those for plants, macroinvertebrates, mesofauna, microorganisms, and microbial-mediated processes. Guidance is provided for when it is appropriate to use these site-specific biological tests, ranging from the screening level stage to use in higher-tier risk assessments. Case studies describing how biological test data are used in contaminated land management are also provided.

General or universal procedures are outlined for the preparation of collecting soil samples and include: developing study objectives; identifying the study area; collecting background data; conducting site surveys, soil surveys and ecological land classifications; selecting sampling strategies and locations; determining the size and number of samples to collect; establishing proper quality assurance and quality control procedures; considering environment, health and safety; and, developing sampling plans. General or universal procedures are also provided for: selecting sampling devices; collecting soil samples by horizon or by depth; handling soil samples on-site; selecting sample containers; and, transporting samples. There are general or universal procedures for personnel receiving, preparing and storing soil samples for biological testing, and soil preparation procedures described include drying, wetting, sieving, grinding, homogenizing, reconstituting, and characterizing samples. Examples of sampling devices, containers, and paper forms are provided in appendices. Specific examples of how to select sampling strategies and calculate the number of samples to collect are also provided as case studies in an appendix.

Additional procedures and considerations are included that are specific to the nature of the soil contaminant(s), biological testing requirements, and study objectives. These include procedures for collecting, handling, and preparing soils contaminated with volatile or unstable contaminants and manipulating soil samples (e.g., washing soils, autoclaving soils, etc.). An additional section is dedicated to guidance for sampling, handling, transporting, storing, and preparing soil from Canada's largest ecozones, boreal forest, taiga and tundra, as well as organic and wetland soils, for which some of the universal collection, handling, transport, storage and preparation procedures require modification. A brief description of ecological land classification, soil classification, and descriptions of the most dominant Soil Orders in Canada are provided in appendices.

Avant-propos

Environnement Canada a élaboré une collection de guides et de méthodes d'essai recommandées pour la mesure et l'évaluation des effets biologiques de substances ou matières toxiques dans des milieux aquatiques et terrestres.

Le Service de la protection de l'environnement a évalué les méthodes recommandées et en préconise l'emploi :

- *dans les laboratoires d'écotoxicologie d'Environnement Canada;*
- *pour les essais qu'Environnement Canada donne en sous-traitance ou que demandent des organismes ou des entreprises de l'extérieur;*
- *en l'absence d'instructions plus précises, comme dans les règlements;*
- *en vue de l'élaboration d'instructions très explicites, comme celles qui pourraient être exigées dans un protocole réglementaire ou une méthode de référence normalisée.*

Les documents de la collection ont pour objet d'orienter les utilisateurs et de faciliter la mise en œuvre de modes opératoires cohérents, pertinents et intégrés en vue d'obtenir des données sur la toxicité, pour des organismes terrestres ou aquatiques, de substances ou de matières d'essai destinées à être dispersées dans l'environnement ou présentes dans l'environnement. Selon la ou les méthodes d'essai biologique choisies et le milieu naturel visé, les substances ou matières dont la toxicité doit être mesurée pourraient comprendre des échantillons de substances ou de produits chimiques, un sol ou une matière particulaire semblable, un sédiment ou une matière particulaire semblable, un effluent, un élutriat, un lixiviat ou une eau réceptrice. Le présent guide doit servir de document d'accompagnement des méthodes d'essai biologique de la Série de la protection de l'environnement décrivant les essais toxicologiques sur un sol entier ou une matière particulaire semblable. Les méthodes de prélèvement, de manipulation, de transport, d'entreposage, de préparation et de conditionnement d'échantillons de sol entier décrites ici font partie intégrante de l'acceptabilité et du succès des méthodes d'essai recommandées pour évaluer la toxicité d'un sol. Même si une importante quantité d'indications est fournie ici, il convient de consulter les ouvrages de référence originaux pour plus de détails.

Les termes définis dans la section « Terminologie » sont en italique lorsqu'ils sont mentionnés pour la première fois dans le texte, conformément à la définition qui en est donnée ici. L'italique sert également à mettre en évidence ces termes et certains autres.

Table des matières

Résumé v
Abstract vi
Avant-propos vii
Liste des tableaux xiii
Liste des figures xiii
Liste des sigles, acronymes, abréviations, symboles et formules chimiques xv
Terminologie xvii
Remerciements xxix

Section 1
Introduction 1
1.1 Contexte 1
1.2 Objet et champ d'application du guide 1
1.2.1 Objet du guide 2
1.2.2 Champ d'application du guide 2
1.2.3 Avantages et limites des essais biologiques dans l'évaluation et l'assainissement des lieux contaminés 3
1.2.4 Mode d'emploi du présent guide 7

Section 2
Application des essais biologiques à l'évaluation de lieux contaminés 8
2.1 Essais recommandés pour évaluer la toxicité de lieux contaminés 8
2.1.1 Essais toxicologiques monospécifiques et essais microbiens 8
2.1.2 Essais en microcosme 9
2.2 Utilisation des données d'essais biologiques dans la gestion des lieux contaminés 16

Section3
Modes opératoires universels d'échantillonnage, de manipulation et de préparation de sol aux fins d'essais biologiques 23
3.1 Aperçu 23
3.2 Objectifs de l'étude 23
3.3 Plan d'étude 24
3.3.1 Définition des objectifs de qualité des données 25
3.3.2 Délimitation de la zone d'étude 25
3.3.3 Collecte de données documentaires 25
3.3.3.1 Classification écologique 28
3.3.3.2 Levés pédologiques 28
3.3.3.3 Levé du site 29
3.3.4 Choix des lieux d'échantillonnage 30
3.3.5 Stratégies d'échantillonnage 30
3.3.5.1 Contrôle du taux d'erreur 31
3.3.5.2 Échantillonnage aléatoire simple 33
3.3.5.3 Échantillonnage aléatoire stratifié 33
3.3.5.4 Échantillonnage systématique 35
3.3.5.5 Échantillonnage en grappes adaptatif 36
3.3.5.6 Échantillonnage d'ensembles ordonnés 36
3.3.5.7 Informations disponibles sur le site 37
3.3.5.8 Échantillons représentatifs 37
3.3.6 Utilisation de la géostatistique dans l'échantillonnage d'un sol contaminé aux fins d'essais biologiques 43
3.3.6.1 Mise en corrélation et variogrammes 43

3.3.6.2 Krigeage 45
3.3.6.3 Choix de la stratégie d'échantillonnage aux fins de l'analyse géostatistique 45
3.3.6.4 Utilisation d'outils géostatistiques dans la conception de plans d'échantillonnage 46
3.3.7 Échantillonnage d'un amas de déchets 46
3.3.8 Délimitation des lieux d'échantillonnage 48
3.3.9 Taille de l'échantillon 48
3.3.10 Nombre d'échantillons 50
3.3.10.1 Échantillons ponctuels, composites et en vrac 52
3.3.11 Assurance de la qualité et contrôle de la qualité 53
3.3.11.1 Prévention de la contamination croisée 54
3.3.11.2 Réplicats, échantillons fractionnés et échantillons non identifiés 55
3.3.12 Environnement, santé et sécurité 56
3.3.12.1 Remblayage 56
3.4 Plan d'échantillonnage et préparatifs 57
3.5 Mesures et observations in situ 57
3.6 Prélèvement d'échantillons de sol 57
3.6.1 Classification des sols 57
3.6.2 Obtention de sols de référence aux fins des essais biologiques 60
3.6.3 Échantillonnage par horizon pédologique 62
3.6.4 Échantillonnage en fonction de la profondeur 63
3.6.5 Prélèvement d'échantillons de sol 64
3.6.5.1 Prélèvement d'échantillons de sol aux fins d'essais toxicologiques 65
3.6.5.2 Prélèvement d'échantillons de sol aux fins d'essais microbiens 66
3.6.6 Manipulation sur place des échantillons de sol 66
3.7 Récipients à échantillon 70
3.8 Transport des échantillons 71
3.9 Réception et entreposage des échantillons au laboratoire 72
3.9.1 Réception des échantillons 72
3.9.2 Entreposage des échantillons 73
3.9.2.1 Entreposage des échantillons destinés à des essais microbiens 74
3.10 Préparation des échantillons de sol 74
3.10.1 Préparation des échantillons de sol non perturbé pour les essais sur des carottes de sol intact 74
3.10.2 Préparation des échantillons de sol perturbé destinés à des essais microbiens 74
3.10.3 Préparation des échantillons de sol perturbé aux fins d'essais toxicologiques 75
3.10.3.1 Séchage du sol 75
3.10.3.2 Humectation 76
3.10.3.3 Tamisage 77
3.10.3.4 Concassage ou broyage 78
3.10.3.5 Homogénéisation 79
3.10.3.6 Reconstitution 80
3.11 Caractérisation physique et chimique des sols 82

Section 4

Modes opératoires particuliers pour la collecte, la manipulation et la préparation de sols contaminés par des composés volatils ou instables 84
4.1 Recommandations générales 84
4.2 Prélèvements 84
4.3 Transport des échantillons 85
4.4 Entreposage des échantillons 85
4.5 Préparation des échantillons 85
4.6 Analyse du ou des contaminants des échantillons 86

Section 5

Modes opératoires particuliers pour le conditionnement d'échantillons de sol préalablement aux essais 87

5.1 Lavage 87
5.2 Vieillissement/météorisation 88
5.3 Ajustement du pH 89
5.4 Amendement 91
5.5 Ajustement de la fertilité du sol 92
5.6 Réduction du nombre de micro-organismes indigènes 93
5.6.1 Autoclavage 94
5.6.2 Irradiation 94
5.6.3 Stérilisation en chaleur sèche 95
5.6.4 Traitement aux micro-ondes 95
5.6.5 Stérilisation chimique 95
5.6.6 Réduction de la taille des populations indigènes de mésofaune, de macrofaune et de macroflore 96

Section 6

Éléments particuliers à prendre en considération dans la collecte, la manipulation et la préparation de sol de certaines écozones du Canada 97

6.1 Sols de la forêt boréale 98
6.1.1 Échantillonnage des sols de la forêt boréale 99
6.1.2 Variabilité des sols forestiers 101
6.1.3 Entreposage des sols forestiers 102
6.1.4 Préparation 102
6.1.5 Choix des espèces expérimentales 102
6.2 Sols minces/pierreux 103
6.2.1 Échantillonnage des sols minces/pierreux 103
6.2.2 Manipulation sur place, entreposage et transport 104
6.2.3 Préparation 104
6.3 Sols cryosoliques 105
6.3.1 Échantillonnage des cryosols 105
6.3.2 Échantillonnage de la couche active gelée, des couches de pergélisol ou des sols non cryosoliques gelés 105
6.3.3 Choix des espèces expérimentales 106
6.4 Sols organiques 106
6.5 Sols des milieux humides 107
6.5.1 Mesures et observations in situ 108
6.5.1.1 Description du lieu 108
6.5.1.2 Délimitation des lieux d'échantillonnage 109
6.5.2 Échantillonnage des sols des milieux humides 109
6.5.2.1 Accès 109
6.5.2.2 Variabilité des milieux humides 109
6.5.2.3 Échantillonnage des milieux humides aux fins d'essais toxicologiques 110
6.5.2.4 Échantillonnage des milieux humides aux fins d'essais microbiens 110
6.5.3 Transport des échantillons prélevés dans un milieu humide 111
6.5.4 Entreposage des échantillons prélevés dans un milieu humide 111
6.5.5 Préparation des échantillons prélevés dans un milieu humide 112
6.5.6 Caractérisation physique et chimique 112
6.5.7 Choix des espèces expérimentales 112

Références 114

Annexe A
Études de cas sur l'application des essais biologiques 127

Annexe B
Ressources en classification écologique 134

Annexe C
Études de cas relatives au choix des stratégies d'échantillonnage et au calcul du nombre d'échantillons 138

Annexe D
Géostatistiques 154

Annexe E
Classification des sols 189

Annexe F
Sites Web utiles 201

Annexe G
Échantillonneurs 203

Annexe H
Récipients à échantillon 210

Annexe I
Formulaire de la chaîne de conservation 211

Annexe J
Tables statistiques 213

Liste des tableaux

1. Avantages et limites des essais biologiques utilisés dans l'évaluation des lieux contaminés 5

2. Essais applicables à l'évaluation de la toxicité de lieux contaminés 11

3. Exemples d'utilisation des données d'essais biologiques dans la gestion des lieux contaminés 17

4. Voies d'exposition génériques de différents types d'espèces d'organismes utilisés couramment dans les essais biologiques 22

5. Liste de contrôle du plan d'étude 26

6. Relation entre les erreurs de type I et de type II 33

7. Stratégies d'échantillonnage et critères de sélection applicables à l'évaluation de la toxicité d'un sol contaminé 39

8. Volume minimal de sol en vrac à prélever par échantillon aux fins des essais biologiques 49

9. Liste de contrôle du plan d'échantillonnage 58

10. Liste de contrôle des notes de terrain 59

Liste des figures

1. Relation entre la connaissance du site et les données documentaires 38

2. Variogramme hypothétique 44

3. Délimitation d'un lieu d'échantillonnage 67

4. Enlèvement de la végétation envahissante avant l'échantillonnage 67

5. Prélèvement d'un échantillon en vrac dans une plaine inondable 67

6. Prélèvement d'un échantillon en vrac dans un sol agricole 67

7. Échantillonnage dans la forêt boréale – récipients à échantillon de 20 L en polyéthylène, garnis de sacs en polyéthylène 67

8. Sol en vrac a) déposé sur une bâche en plastique jusqu'à ce que tout l'échantillon soit extrait, puis b) transféré dans des récipients à échantillon 68

9. Prélèvement d'une carotte de sol à l'aide d'un marteau à coulisse 68

10. Carotte d'essai extraite avec un carottier Pirkhauer et pouvant servir à caractériser le profil pédologique 68

11. Carotte de sol prélevée à l'aide d'un carottier fendu 69

12. Carotte de sol a) extraite de l'échantillonneur et b) conservée intacte dans un manchon en plastique aux fins d'un essai biologique propre à un site 69

13. Échantillonnage du sol à l'aide d'une tarière à tige creuse 69

14. Prélèvement d'un volume très important de sol à l'aide d'une rétrocaveuse 70

15. Échantillon a) saturé d'eau à son arrivée au laboratoire; b) en décantation; c) séché à l'air au laboratoire, sur une toile en plastique propre, jusqu'à ce qu'il soit maniable 77

16. Échantillons de sol subsuperficiel argileux très cohésif a) à leur arrivée au laboratoire; b) fractionnés à la main en agrégats de ~5 cm de diamètre; c) fractionnés à la main en agrégats de 0,5-2 cm de diamètre; d) tamisés pour obtenir des agrégats de ≤0,6 cm de diamètre 78

17. Concassage à la main d'un sol subsuperficiel argileux séché à l'air en agrégats de ~0,5-2 cm de diamètre 81

18. Concassage d'un sol argileux très cohésif a) à la main pour obtenir des agrégats de 5-7 cm de diamètre qui seront séchés complètement à l'air, puis b) broyage à l'aide d'un broyeur à argile en acier inoxydable en vue d'obtenir c) un échantillon de sol broyé très finement 81

19. Résumé des procédures de préparation du sol 83

20. Écozones terrestres du Canada (source : EC, 2005b) 97

21. Lieu d'échantillonnage situé dans la forêt boréale, où la végétation peu dense a été enlevée 101

22. Deux parcelles adjacentes déblayées à une profondeur de 10 cm, dans un site forestier au sol très mince de l'écozone du bouclier boréal 102

Liste des sigles, acronymes, abréviations, symboles et formules chimiques

ADN	acide désoxyribonucléique
Al	aluminium
AQ	assurance de la qualité
AQ/CQ	assurance de la qualité et contrôle de la qualité
ARN	acide ribonucléique
B	bore
C	carbone
Ca	calcium
$CaCO_3$	carbonate de calcium
CCME	Conseil canadien des ministres de l'environnement
CDC	chaîne de conservation
CE	conductivité électrique
CEC	capacité d'échange cationique
CI_{25}	concentration inhibitrice 25 %
CI_{50}	concentration inhibitrice 50 %
Cl	chlore
Cl^-	chlorure
CL_{50}	concentration létale médiane
cm	centimètre
CO_2	dioxyde de carbone
COT	carbone organique total
COV	composé organique volatil
CQ	contrôle de la qualité
Cu	cuivre
CV	coefficient de variation
DGGE	électrophorèse en gel de gradient dénaturant
DSE	distribution de la sensibilité des espèces
EEO	échantillonnage d'ensembles ordonnés
EGA	échantillonnage en grappes adaptatif
EAS	échantillonnage aléatoire simple
EASt	échantillonnage aléatoire stratifié
EPI	équipement de protection individuelle
ET	écart type
Fe	fer
GPS	système mondial de localisation
H	hydrogène
H_2SO_4	acide sulfurique
HAP	hydrocarbures aromatiques polycycliques
HCl	acide chlorhydrique
HCP	hydrocarbure pétrolier
ISO	Organisation internationale de normalisation
K	potassium
kg	kilogramme
kGy	kilogray
L	litre
µS	microSiemens
m	mètre
m^2	mètre carré
MC	marque de commerce
MET	modèle d'écosystème terrestre
Mg	magnésium

Mn	manganèse
Mo	molybdène
Mrad	mégarad (1 million de rad)
N	azote
Na	sodium
NH^{4+}	ammonium
Ni	nickel
NO_2^-	nitrite
NO_3^-	nitrate
O	oxygène
OQD	objectifs de qualité des données
P	phosphore
PCR	réaction en chaîne de la polymérase
PEHD	polyéthylène haute densité
pH	potentiel d'hydrogène
PPC	profil physiologique de la communauté
RAS	rapport d'adsorption du sodium
S	soufre
SCCS	Système canadien de classification des sols
TMO	teneur en matière organique
UTM	grille de Mercator transverse universelle
Zn	zinc
Z_α	statistique Z pour une probabilité d'erreur de type I
Z_β	statistique Z pour une probabilité d'erreur de type II
°C	degré Celsius
~	environ
<	moins de
≤	moins de ou égal à
>	plus de
≥	plus de ou égal à
±	plus ou moins
%	pour cent

Terminologie

Nota : Toutes les définitions ci-dessous s'inscrivent dans le contexte des procédures décrites dans le présent rapport; elles pourraient ne pas être adaptées à d'autres contextes.

Verbes auxiliaires

L'auxiliaire *doit* (*doivent*) exprime l'obligation absolue.

L'auxiliaire *devrait* (*devraient*) et le conditionnel d'obligation (*il faudrait*, etc.) expriment une recommandation ou la nécessité de respecter la condition dans la mesure du possible.

L'auxiliaire *peut* (*peuvent*) exprime l'autorisation ou la capacité d'accomplir une action.

L'auxiliaire *pourrait* (*pourraient*) indique la possibilité ou l'éventualité.

Termes techniques généraux

A posteriori – Se dit d'un raisonnement ou d'une décision, par exemple, reposant sur des faits observés ou qui en est dérivé.

A priori – Se dit d'un raisonnement ou d'une décision, par exemple, ne reposant pas sur des faits.

Artefact – Caractéristique indésirable détectable (p. ex., altération chimique ou physique) dans un substrat, attribuable à des phénomènes qui s'y sont déroulés ou à la manipulation du substrat.

Assainissement – Extraction des contaminants d'un sol, d'un sédiment ou d'une eau de surface ou souterraine (ou enlèvement du ou des milieux contaminés eux-mêmes) au moyen de procédés physiques, chimiques ou biologiques en vue de protéger la santé humaine et/ou l'environnement. Synonymes : restauration, remise en état.

Assurance de la qualité – Ensemble des moyens administratifs et techniques (p. ex., planification, vérification, évaluation, rapport, correctif) visant à faire en sorte qu'un produit final soit d'une qualité connue ou fiable.

Batterie d'essais – Combinaison de plusieurs essais toxicologiques, normalement avec différentes espèces expérimentales (p. ex., vers de terre, plantes ou arthropodes, ou encore plusieurs espèces de plantes), comportant différents paramètres biologiques (p. ex., effet létal et divers effets sublétaux), différentes durées d'exposition (p. ex., aiguë ou chronique) et différents types d'essais (p. ex., essais monospécifiques ou essais de fonctionnalité).

Biodisponibilité – Mesure du degré d'absorption ou de métabolisation des substances chimiques du sol par les humains ou par des récepteurs écologiques, ou encore du degré d'interaction de ces substances avec les systèmes biologiques (ISO, 2005a).

Capacité d'échange cationique – Quantité totale de cations échangeables que le sol peut adsorber. Parfois appelée capacité totale d'échange, pouvoir d'échange de cations et capacité d'adsorption de cations. Elle s'exprime en milliéquivalents par 100 g de sol (ou de toute autre substance adsorbante, comme l'argile) (AAC, 1998).

Capacité de rétention d'eau – Quantité maximale d'eau qu'un sol peut retenir après saturation complète. En règle générale, elle est déterminée par une méthode gravimétrique et exprimée sous forme de pourcentage d'eau (en poids; eau/sol sec) que retient un échantillon de sol saturé avec de l'eau.

Carbone organique total – Quantité de carbone organique présente dans le sol, à l'exclusion du carbone provenant des résidus de plantes et d'animaux non décomposés, déterminée au moyen d'une analyse par combustion sèche (Tiessen et Moir, 1993). (V. aussi *matière organique*.)

Carotte – Échantillon de sol prélevé au moyen d'un carottier.

Carottier – Dispositif (p. ex., emporte-pièce ou échantillonneur cylindrique) servant à prélever une colonne de sol (p. ex., une carotte) qui représente la distribution verticale des caractéristiques physiques et chimiques du sol.

Chaîne de conservation – Documentation attestant la garde d'un échantillon depuis son prélèvement jusqu'à sa mise à l'essai ou son analyse. L'échantillon en question peut être judiciaire ou non, et la documentation prouve qu'il n'a été ni falsifié ni contaminé durant cette période.

Concentration – Aux fins des essais biologiques, rapport entre le poids de la substance ou matière d'essai (p. ex., contaminant présent dans un sol) et le poids du sol, souvent exprimé en milligrammes de substance ou de matière d'essai par kilogramme de sol sec (mg/kg). La concentration peut aussi être exprimée sous forme de pourcentage (p. ex., proportion de sol de site contaminé par rapport au poids sec du sol).

Conductivité – Expression numérique de la capacité d'une solution aqueuse de conduire l'électricité. Cette capacité dépend de la concentration des ions dans une solution, de leur valence et de leur mobilité, de même que de la température de la solution. La conductivité est exprimée en décisiemens par mètre (dS/m) ou en micromhos par centimètre (µmhos/cm); 1 dS/m = 1000 µmhos/cm.

Contaminant – Substance ou matière présente dans un système naturel ou présente à une concentration plus forte qu'à l'accoutumée, le plus souvent en raison, directement ou non, d'activités anthropiques. Ce terme désigne souvent les substances ou matières atteignant des concentrations susceptibles d'avoir des effets biologiques nocifs. Le Conseil canadien des ministres de l'environnement définit un contaminant comme suit : « toute substance présente dans un milieu à une concentration supérieure à la concentration naturelle de fond » (CCME, 2006).

Contrôle de la qualité – Ensemble des techniques et moyens de mesure et d'évaluation de la qualité des données et des correctifs à appliquer lorsque les objectifs de qualité des données ne sont pas atteints.

Couche active (de sol) – Couche superficielle de sol reposant sur le pergélisol. Cette couche dégèle habituellement chaque année; son épaisseur varie en fonction de la texture du sol, de sa teneur en eau et du couvert de tourbe. La plus grande partie de l'activité biologique se déroule dans cette couche (Danke, 1981).

Eau désionisée – Eau douce qu'on a purifiée en la faisant passer dans des colonnes de résine ou un système d'osmose inverse pour en extraire les ions en solution (calcium ou magnésium, p. ex.).

Échantillon – Portion d'une matière (p. ex., un sol) prélevée à même un plus grand volume de celle-ci.

Échantillon composite – Échantillon constitué d'échantillons ponctuels ou en vrac provenant de deux points d'échantillonnage ou plus d'un même site (Crepin et Johnson, 1993).

Échantillon de sol – Portion de matière du sol prélevée à même un plus grand volume de matière.

Échantillon de sol intact – Échantillon prélevé au moyen d'une méthode n'altérant pas la structure du sol (ISO, 2005a). Synonymes : échantillon non perturbé et échantillon non remanié. (V. aussi *échantillon de sol perturbé*.)

Échantillon de sol perturbé – Échantillon prélevé sans tenter de préserver la structure du sol (ISO, 2005a). Synonyme : échantillon remanié. (V. aussi *échantillon de sol intact*.)

Échantillon en vrac – Échantillon de sol perturbé, habituellement assez volumineux (>1 L), constitué de ≥2 fractions individuelles de sol prélevées dans un lieu d'échantillonnage au moyen d'un échantillonneur. Il s'agit donc d'un échantillon ponctuel et non d'un échantillon composite (v. *échantillon ponctuel* et *échantillon composite*). La plupart du temps, on prélève des échantillons en vrac afin d'obtenir les volumes élevés dont on a besoin pour les essais biologiques. Synonyme : échantillon global.

Échantillon global – V. *échantillon en vrac*.

Échantillon judiciaire – Échantillon prélevé en vue de poursuites (en d'autres termes, les résultats de l'analyse toxicologique pourraient être recevables devant les tribunaux). L'échantillon judiciaire est considéré comme représentatif de la matière échantillonnée et ne doit pas avoir été contaminé par des substances étrangères pendant l'échantillonnage ou par la suite. L'origine de l'échantillon, la date et l'heure du prélèvement ainsi que la méthode de prélèvement doivent être consignées, et il faut établir clairement la chaîne de conservation. L'échantillon judiciaire est transporté dans un récipient étiqueté et scellé, gardé dans un endroit sûr, sous clé, et traité le plus tôt possible après le prélèvement.

Échantillon non perturbé – V. *échantillon de sol intact*.

Échantillon non remanié – V. *échantillon de sol intact*.

Échantillon ponctuel – Portion de sol (p. ex., carotte) prélevé sur un lieu d'échantillonnage au moyen d'un échantillonneur.

Échantillon remanié – V. *échantillon de sol perturbé*.

Échantillonnage – Action de prélever des échantillons.

Échantillonneur – Appareil ou dispositif dont on se sert pour prélever des échantillons ou des sous-échantillons.

Écotoxicologie – Science qui étudie les effets écologiques et toxicologiques des polluants chimiques sur les populations, les communautés et les écosystèmes, de même que le devenir (transport, transformation, dégradation) de ces polluants dans l'environnement (adapté de Forbes et Forbes, 1994).

Écozone – Vaste superficie où les organismes et leur milieu physique survivent comme système. Les écozones sont définies en fonction de leurs caractéristiques générales naturelles, comme le relief, les sols, l'hydrographie, la végétation et le climat (EC, 2005b).

Essai sur la fonction microbienne – Observation des attributs d'un système ou étude d'un système microbien. Un tel essai comporte la détermination de la biomasse microbienne, une estimation du nombre d'individus cultivables et la caractérisation de la composition ou de l'activité d'une communauté microbienne.

Étude d'évaluation – Collecte systématique d'information afin d'identifier et de décrire une condition donnée dans un écosystème ou un milieu naturel.

Évaluation des risques environnementaux – Processus comportant l'analyse du risque et l'évaluation des effets indésirables des milieux naturels contaminés (p. ex., air, sol, eau) sur les organismes humains et non humains, en tenant compte de la nature et de l'étendue de ces effets, de même que de la probabilité de manifestation de ceux-ci (ISO, 2005a).

Évaluation du risque écologique – Processus comportant l'analyse du risque et l'évaluation des effets indésirables des milieux naturels contaminés (p. ex., air, sol, eau) sur les organismes non humains, en tenant compte de la nature et de l'étendue de ces effets, de même que de la probabilité de manifestation de ceux-ci (ISO, 2005a).

Fertilité (d'un sol) – Capacité d'un sol de fournir des nutriments dans les quantités, formes et proportions requises pour permettre la croissance des végétaux. La fertilité d'un sol est mesurée directement par dosage des ions et des composés importants pour la nutrition des végétaux. Les composantes fondamentales de la fertilité sont constituées des éléments nutritifs essentiels (macro-éléments tels que C, H, O, N, P, K, Ca, Mg et S; micro-éléments tels que Fe, Mn, Mo, B, Cu, Zn et Cl).

Gestion du risque – Gestion d'un lieu contaminé dans le but de prévenir, de réduire au minimum ou d'atténuer ses incidences sur la santé humaine ou l'environnement. Cette gestion peut inclure des mesures physiques directes (p. ex., extraction, destruction ou confinement des substances toxiques) tout autant que des moyens administratifs (p. ex., zonage ou décrets).

Guilde – Groupe d'organismes, en particulier des espèces animales, occupant la même niche dans une communauté donnée et utilisant les ressources du milieu (p. ex., nourriture, microhabitat) de la même façon.

Horizon (de sol ou pédologique) – Couche de matériau de sol minéral ou organique, approximativement parallèle à la surface de la terre et dont les caractéristiques sont modifiées par les processus de formation du sol. Un horizon se différencie des horizons adjacents par des propriétés comme la couleur, la structure, la texture et la consistance ainsi que par la composition chimique, biologique et minéralogique. Les principaux horizons minéraux sont les horizons A, B et C, et les principaux horizons organiques sont les horizons L, F, H et O (AAC, 1998).

Horizon A – Horizon minéral formé à la surface ou tout près, dans la zone de lessivage ou d'éluviation de matériaux en solution ou en suspension, ou dans la zone d'accumulation maximale *in situ* de matière organique, ou dans les deux à la fois (AAC, 1998). Étant donné qu'il s'agit d'une couche de sol minéral, l'horizon A contient en poids ≤17 % de carbone organique (~30 % de matière organique).

Horizon Ah – Horizon A de couleur foncée, enrichi de matières organiques et contenant en poids ≤17 % de carbone organique (Bélanger et Van Rees, 2008).

Horizon B – Horizon minéral caractérisé par l'enrichissement en matière organique, en sesquioxyde (p. ex., oxyde d'aluminium) ou en argile, ou par le développement de la structure du sol ou un changement de la couleur indiquant l'hydrolyse, la réduction ou l'oxydation (AAC, 1998). Il est habituellement sous-jacent à l'horizon A. Étant donné qu'il s'agit d'une couche de sol minéral, l'horizon B contient en poids ≤17 % de carbone organique (~30 % de matière organique).

Horizon C – Horizon minéral comparativement non influencé par les processus pédogéniques agissant dans les horizons A et B, à l'exception du processus de gleyification (processus par lequel l'apport en oxygène dans le profil pédologique est restreint en raison de l'humidité du sol à saturation) et l'accumulation de carbonates de calcium et de magnésium ainsi que des sels plus solubles (AAC, 1998). Il est habituellement sous-jacent à l'horizon B. Étant donné qu'il s'agit d'une couche de sol minéral, l'horizon C contient en poids ≤17 % de carbone organique (~30 % de matière organique).

Horizon F – Horizon organique à la surface du sol minéral, formé surtout par l'accumulation de feuilles, de brindilles et de matériaux ligneux. Cet horizon est caractérisé par l'accumulation de matière organique partiellement décomposée. Certaines des structures originelles sont difficiles à reconnaître (AAC, 1998). L'horizon F se trouve entre l'horizon L (situé au-dessus) et l'horizon H (situé au-dessous). Ce dernier est sus-jacent à l'horizon minéral supérieur (A). Étant donné qu'il s'agit d'une couche de sol organique, l'horizon F contient en poids ≥17 % de carbone organique (~30 % de matière organique).

Horizon H – Horizon organique à la surface du sol minéral, formé surtout par l'accumulation de feuilles, de brindilles et de matériaux ligneux. Cet horizon se caractérise par l'accumulation de matière organique décomposée et dont les structures originelles ne sont plus perceptibles. Il diffère de l'horizon F par son degré d'humification plus élevé, dû principalement à l'action d'organismes (AAC, 1998). L'horizon H se trouve sous l'horizon F; sa matière organique est souvent entremêlée de grains minéraux, en particulier près de la zone de transition avec l'horizon minéral. L'horizon H est sus-jacent à l'horizon minéral supérieur (A). Étant donné qu'il s'agit d'une couche de sol organique, l'horizon H contient en poids ≥17 % de carbone organique (~30 % de matière organique).

Horizon L – Horizon organique à la surface du sol minéral, formé surtout par l'accumulation de feuilles, de brindilles et de matériaux ligneux. Cet horizon est caractérisé par une accumulation de matière organique dans laquelle les structures organiques originelles sont faciles à discerner (AAC, 1998). Les horizons L, F et H sont souvent associés, l'horizon L formant la couche supérieure, l'horizon F, la couche intermédiaire, et l'horizon H, la couche inférieure. L'horizon H est sus-jacent à l'horizon minéral supérieur (A). Étant donné qu'il s'agit d'une couche de sol organique, l'horizon L contient en poids ≥17 % de carbone organique (~30 % de matière organique).

Horizon O – Horizon se rencontrant dans les sols organiques et minéraux, dérivé principalement de mousses, de débris végétaux et de matériaux ligneux. Il peut se trouver à n'importe quelle profondeur dans un sol organique, de même qu'à une profondeur de <40 cm à la surface des sols minéraux. Il contient en poids ≥17 % de carbone organique (~30 % de matière organique) (AAC, 1998).

Isoligne – Courbe joignant des types de sols semblables ou des concentrations de contaminants d'égale valeur sur une carte.

Lieu d'échantillonnage – Endroit où se déroule l'échantillonnage d'un site d'étude (ISO, 2005b; UICPA, 2005). Synonyme : *site d'échantillonnage*.

Macrofaune – Ensemble des invertébrés endogés dont la taille va de >2 mm à <20 mm, comme les annélides (p. ex., vers de terre), les mollusques (p. ex., escargots), les isopodes (p. ex., cloportes), les chilopodes (p. ex., mille-pattes) et les diplopodes (p. ex., iules) (Swift et coll., 1979).

Masse volumique apparente – Rapport entre la masse de matière (p. ex., sol séché au four) et le volume total qu'elle occupe (volume de sol) (Culley, 1993). Le volume de sol est établi avant le séchage.

Matière – Substance (il peut y en avoir plus d'une) dont est faite une chose. Ses caractéristiques sont plus ou moins uniformes. Un sol, un sédiment ou une eau de surface sont des matières. Habituellement, une matière renferme un nombre plus ou moins grand de substances.

Matière organique – Dans le sol, consiste principalement en débris végétaux et animaux à différents stades de décomposition, y compris l'humus. L'accumulation de matière organique dans le sol est le rapport entre le retour ou l'ajout de débris végétaux et animaux et leur perte subséquente due à leur décomposition par la pédofaune. Pour de nombreux types de sols, l'équation suivante (AESA, 2001) permet d'estimer la teneur totale en matière organique (MO) à partir des mesures du carbone organique total (COT) : % MO = % COT × 1,78. (V. aussi *carbone organique total*.)

Mésofaune – Ensemble des invertébrés endogés dont la taille va de >100 µm à <2 mm, comme les acariens, les collemboles et les enchytrées (très petits vers) (Swift et coll., 1979).

Microfaune – Ensemble des petits invertébrés endogés, souvent de taille microscopique (<100 µm), comme les protozoaires, les bactéries, les nématodes et les champignons (Swift et coll., 1979).

Milieu humide – Zone dans laquelle le sol est saturé d'eau pendant une période suffisamment longue pour que l'excès d'eau et la faible teneur du sol en oxygène qui en résulte constituent les principaux déterminants de la végétation et de la formation du sol. Les milieux humides portent généralement une communauté végétale comptant une abondance relative d'hydrophytes et/ou présentent des sols ayant des attributs « hydriques »; leurs caractéristiques sont tout tant semi-aquatiques que semi-terrestres (Mackenzie et Moran, 2004, cité dans UMA, 2008).

Objectifs de qualité des données – Critères prédéfinis applicables aux données produites ou utilisées dans une étude afin de s'assurer que ces données seront d'une qualité acceptable en regard des besoins qu'elles sont censées combler.

Pergélisol – Couche de sol ou de roches dans laquelle des températures de <0 °C persistent pendant au moins deux hivers consécutifs et pendant l'été qui les sépare (Danke, 1981).

pH – Logarithme négatif de l'activité des ions hydrogène exprimée en équivalents-grammes par litre. La valeur du pH indique le degré ou l'intensité des réactions tant acides qu'alcalines sur une échelle de 0 à 14, le nombre 7 représentant la neutralité, les nombres inférieurs à 7, des réactions de plus en plus acides, et les nombres supérieurs à 7, des réactions de plus en plus alcalines.

Plan d'échantillonnage – V. *stratégie d'échantillonnage*.

Potentiel d'oxydoréduction – Mesure (exprimée en volts) d'affinité d'une substance pour les électrons par rapport à l'hydrogène.

Profondeur d'échantillonnage – Profondeur à laquelle on prélève un échantillon de sol.

Propriétés du sol – Caractéristiques physiques et chimiques inhérentes du sol, comme le pH, la texture, les concentrations des ions majeurs, la capacité d'échange cationique, le potentiel d'oxydoréduction, la salinité et la teneur en carbone organique total.

Récipient à échantillon – Récipient dans lequel un échantillon prélevé sur le terrain est déposé directement à partir de l'échantillonneur. Il ne s'agit pas nécessairement du récipient dans lequel l'échantillon sera expédié à un laboratoire. Par exemple, l'échantillon peut être déposé dans un grand bac ou un grand seau (qui sont tous deux des récipients à échantillon) en vue de son mixage avec d'autres sous-échantillons avant son expédition.

Récipient de terrain – Récipient dans lequel on dépose les échantillons en vue de leur manipulation sur place. Un récipient à échantillon peut parfois servir à cette fin.

Remise en état – V. *assainissement*.

Restauration – V. *assainissement*.

Risque – Probabilité ou vraisemblance de la manifestation d'un effet nocif.

Salinité – Teneur en sel d'une matière. Un sol salin est un sol non alcalin contenant suffisamment de sels solubles pour nuire à sa productivité. La conductivité de l'extrait de saturation d'un sol salin est de >4 dS/m (à 25 °C) et le pH est habituellement de <8,5 (MEA, 2001).

Site – Terrain délimité, utilisé ou envisagé comme site d'étude, habituellement parce qu'il est contaminé ou susceptible de l'être.

Site d'échantillonnage – V. *lieu d'échantillonnage*.

Site d'étude – Emplacement restreint situé dans la zone d'étude, qui fait l'objet d'une évaluation, d'une surveillance ou d'un échantillonnage. Dans les évaluations des lieux contaminés, le site d'étude est souvent appelé simplement « site ».

Site de référence – Lieu non contaminé où sont prélevés les échantillons de sol de référence. Il peut être adjacent au site d'étude, ou encore être situé dans ses environs ou dans la même ville ou la même région, par exemple.

Sol – Couche supérieure de la croûte terrestre transformée par l'altération physique, chimique et biologique des roches et par la décomposition et le recyclage des nutriments de la matière organique provenant des plantes et des animaux. Les activités des micro-organismes et des invertébrés qu'il contient, de même que les activités anthropiques, influent sur les caractéristiques physiques et chimiques du sol. Le terme *sol* désigne aussi la matière entière et intacte représentative du milieu terrestre, manipulée le moins possible après son prélèvement ou sa préparation.

Sol artificiel – Sol préparé en laboratoire pour simuler un sol naturel, avec des proportions précises de constituants naturels de sable, d'argile et de tourbe. Dans certains cas, un sol artificiel peut être utilisé comme sol témoin négatif, ou encore comme diluant pour préparer des concentrations multiples d'un ou de plusieurs sols de site ou sols enrichis d'une substance chimique.

Sol contaminé – Sol qui renferme des substances chimiques ou des matières (v. *contaminant*) à des concentrations qui présentent une menace connue ou potentielle pour l'environnement ou la santé humaine.

Sol d'essai – Échantillon de sol préparé ou de sol prélevé sur le terrain et enrichi ou non d'une substance chimique, dont on évalue la toxicité pour des organismes biologiques.

Sol de référence – En général, sol non contaminé prélevé sur le terrain et utilisé dans une étude ou un essai toxicologique particulier sur un ou des échantillons de sol d'essai. Un sol de référence présente souvent des propriétés physiques et chimiques (p. ex., texture, teneur en carbone organique total, pH) très comparables à celles de l'échantillon ou des échantillons de sol d'essai, sauf qu'il est exempt du contaminant étudié. On s'en sert pour décrire les effets de matrice dans l'essai; il peut aussi être utilisé comme diluant dans la préparation d'une série de concentrations d'exposition au sol d'essai.

Sol de site – Échantillon de sol prélevé sur le terrain, à un endroit contaminé ou susceptible d'être contaminé par au moins une substance chimique et destiné à un essai biologique.

Sol minéral – Sol formé surtout de matières minérales, celles-ci déterminant en grande partie ses propriétés. Les sols minéraux contiennent en poids ≤17 % de carbone organique (≤30 % environ de matière organique), mais peuvent renfermer des couches superficielles organiques (AAC, 1998).

Sol non contaminé – Sol exempt de contaminant à des concentrations provoquant des désordres observables chez les organismes ou réduisant leur taux de survie, de croissance ou de reproduction.

Sol organique – Sol constitué principalement de matière organique. Les sols organiques contiennent en poids ≥17 % de carbone organique (~30 % de matière organique) et englobent la plupart des sols communément appelés tourbières, terres noires, bogs (tourbière oligotrophe) et fens (tourbière minérotrophe). La plupart des sols organiques sont saturés d'eau pendant de longues périodes, étant donné qu'ils se trouvent dans des régions mal drainées et sous des climats humides; toutefois, certains sols organiques des hautes terres dont la matière organique est d'origine forestière ont un drainage allant de bon à imparfait (AAC, 1998).

Sol témoin négatif – Sol qui ne contient aucun contaminant à une ou des concentrations susceptibles d'avoir une incidence sur la survie, la reproduction, la croissance ou le comportement des organismes expérimentaux. Un sol témoin négatif peut être un sol naturel provenant d'un lieu non contaminé, ou un sol artificiel (préparé). Il ne doit contenir aucune matière ou substance d'essai ajoutée et il doit permettre un taux de survie et une performance acceptables des organismes pendant l'essai. Un sol témoin négatif sert de base pour l'interprétation des données des essais toxicologiques sur un ou des sols d'essai.

Sous-échantillon – Portion représentative d'un échantillon qu'on étudie afin de mieux connaître les caractéristiques de l'échantillon ou d'en déduire les propriétés. Un sous-échantillon doit être prélevé en une seule fois. S'il était prélevé en plusieurs fois, les observations constitueraient des mesures répétées.

Sous-échantillonnage – Action de prélever des sous-échantillons.

Stratégie d'échantillonnage – Processus par lequel on détermine le type d'échantillon à prélever, le lieu du prélèvement et la méthode de prélèvement (ISO, 2005b; UICPA, 2005). Synonyme : plan d'échantillonnage.

Substance – Matière particulière ayant des propriétés plus ou moins uniformes. Le terme a un sens plus restreint que matière et pourrait désigner une substance chimique ou un produit chimique en particulier.

Taille de l'échantillon – Volume (en litres ou en mètres cubes), poids (en grammes) ou dimensions (diamètre et longueur) d'un échantillon de sol.

Tamisage – Pressage manuel des particules de sol à travers un tamis dont les mailles ont un diamètre donné.

Tarière – Instrument d'échantillonnage du sol muni d'un taillant hélicoïdal rotatif entraînant la matière vers le haut le long de l'axe de rotation.

Teneur en humidité – Pourcentage d'eau dans un échantillon de sol d'essai, par rapport à sa masse sèche ou humide. Pour déterminer ce pourcentage, on mesure les poids sec et humide d'un sous-échantillon, puis on soustrait le poids sec du poids humide et on divise le résultat obtenu par l'un ou l'autre poids.

Texture du sol – Caractéristique définie en fonction du pourcentage pondéral de sable, de limon et d'argile dans la fraction minérale du sol. La texture renseigne sur les caractéristiques et le comportement généraux des substances présentes dans le sol, plus particulièrement lorsqu'on connaît la structure du sol et sa teneur en matière organique. Le présent guide se fonde sur les descriptions des textures de sol du Système canadien de classification des sols (AAC, 1998) et non du système de classification unifié des sols, de la United States Soil Conservation Service Classification ou de tout autre système de classification utilisé dans la science des sols, en ingénierie ou en géologie. La texture d'un sol est déterminée en laboratoire par l'analyse de la composition granulométrique en deux étapes : les particules de sable (fragments grossiers) sont d'abord séparées des particules de limon et d'argile par tamisage, puis les particules de limon et d'argile sont séparées par sédimentation dans l'eau. La classification texturale se fonde sur les proportions relatives et précises de sable (0,05-2,0 mm de diamètre), de limon (0,002-0,05 mm de diamètre) et d'argile (≤0,000 2-≤0,002 mm de diamètre) (AAC, 1998). Il existe trois grandes classes de texture :

(i) texture grossière (sables, sables loameux, loams sableux);

(ii) texture moyenne (loams, loams limoneux, limons, loams sableux très fins);

(iii) texture fine (argiles, loams limono-argileux, loams sablo-argileux, argiles limoneuses, argiles sableuses).

On peut aller plus loin dans la distinction des sols en fonction de la texture (p. ex., argile sableuse, loam limoneux, loam) en utilisant des systèmes de classification fondés sur les proportions relatives de sable, de limon et d'argile (AAC, 1998).

Volume de l'échantillon – Volume d'un échantillon, exprimé en litres ou en mètres cubes.

Zone d'étude – Zone où se trouve le site d'étude, de même que le paysage adjacent susceptible d'influer sur les conditions du site d'étude. Dans les évaluations des lieux contaminés, la zone d'étude est souvent appelée « zone adjacente ».

Termes relatifs à la toxicologie et aux statistiques

Aigu – Qui se manifeste à l'intérieur d'une période d'exposition relativement courte (secondes, minutes, heures, quelques jours) par rapport à la durée de vie de l'organisme expérimental.

CE_x ou *concentration efficace* – Concentration (exprimée en pourcentage ou en milligrammes par kilogramme, p. ex.) d'une ou de plusieurs substances ou matières présentes dans le sol, qui est censée avoir un effet toxique déterminé pour X % des organismes expérimentaux. Dans la plupart des cas, la CE_x et ses limites de confiance de 95 % sont dérivées statistiquement de l'analyse des pourcentages d'organismes chez lesquels l'effet se fait sentir (p. ex., réaction d'évitement) à diverses concentrations expérimentales après une période fixe d'exposition. La durée de l'exposition doit être précisée (p. ex., 48 ou 72 h). La CE_x sert à décrire des effets quantiques sublétaux (p. ex., des réponses binomiales comme un comportement d'évitement ou l'absence d'un tel comportement); elle ne s'applique pas à des effets quantitatifs continus (p. ex., des effets qui peuvent être mesurés sur un continuum numérique, comme la longueur ou le poids) (v. CI_p). La plupart du temps, on calcule la CE_{50}, mais on peut aussi calculer la CE_{20} ou la CE_{25}, selon les objectifs de l'étude.

Chronique – Qui se produit à l'intérieur d'une période d'exposition relativement longue (semaines, mois, années), habituellement une partie appréciable (p. ex., >10 %) de la durée de vie d'un organisme.

CI_p ou *concentration inhibitrice correspondant à un pourcentage (p) d'effet précisé* – Estimation ponctuelle de la concentration de la substance ou de la matière d'essai qui inhibe, selon le pourcentage (p) précisé, un paramètre biologique quantitatif (continu), comme le nombre de descendants produits ou la taille des organismes à la fin de l'essai, par rapport au groupe témoin.

CL_x ou *concentration létale* – Concentration (exprimée en pourcentage ou en milligrammes par kilogramme, p. ex.) d'une ou de plusieurs substances ou matières présentes dans le sol, qui est censée être létale pour X % des organismes expérimentaux. Dans la plupart des cas, la CL_x et ses limites de confiance de 95 % sont dérivées statistiquement de l'analyse du pourcentage des mortalités survenues à chacune des cinq concentrations expérimentales ou plus, après une période d'exposition donnée. La durée de l'exposition doit être précisée (p. ex., CL_x 7 jours ou CL_x 14 jours). La plupart du temps, on calcule la CL_{50}, mais on peut aussi calculer la CL_{20} ou la CL_{25}, selon les objectifs de l'étude.

Coefficient de variation (CV) – Écart type (ET) d'un ensemble de données divisé par la moyenne de l'ensemble de données, exprimé sous forme de pourcentage. Il est calculé à l'aide de la formule suivante :
CV (%) = 100 × (ET/moyenne).

Distribution de la sensibilité des espèces – Détermination, à partir des données propres à un site, de la distribution théorique d'une certaine mesure de la toxicité d'un sol de site contaminé (ou d'une ou de plusieurs substances chimiques précises) au sein d'une population d'espèces végétales ou animales (c.-à-d. chez les espèces expérimentales utilisées pour évaluer le sol d'un site).

Écotoxicologie – Subdivision de la toxicologie ayant la même définition générale; toutefois, elle s'intéresse avant tout aux écosystèmes, aux communautés naturelles et aux espèces sauvages, sans exclure les humains des écosystèmes.

Essai biologique – Essai mesurant la puissance ou l'activité d'une substance par la réaction qu'elle provoque chez des organismes vivants. Il peut s'agir d'un essai monospécifique ou plurispécifique, ou encore d'un essai microbien. Un *essai toxicologique* (voir ce terme) s'entend plus particulièrement d'un essai monospécifique ou plurispécifique.

Essai de fonctionnalité – Détermination de l'effet d'une substance ou matière (p. ex., des contaminants du sol) sur des processus pédologiques à médiation biologique, comme le cycle des nutriments, la décomposition de la matière organique ou la respiration du sol dans des conditions définies. Les mesures incluent habituellement la quantification de l'augmentation ou de la diminution des substances produites ou consommées par suite de ces processus pédologiques, comme la production de nitrate et de dioxyde de carbone et la consommation de matière organique.

Essai définitif – Se dit d'un essai décisif (par opposition à un *essai préalable*; voir ce terme). En règle générale, un essai définitif consiste en un essai toxicologique avec des plantes terrestres exposées plus longtemps que lors d'un essai préalable.

Essai préalable – Essai de toxicité du sol effectué pour obtenir une indication initiale de la toxicité de la substance ou matière d'essai dans des conditions définies et/ou pour choisir la gamme de concentrations qui sera utilisée dans un essai définitif à concentrations multiples.

Essai toxicologique ou *essai de toxicité* – Détermination de l'effet d'une substance ou d'une matière sur un groupe d'organismes choisis, dans des conditions définies. Au cours d'un essai toxicologique sur un ou des échantillons d'un sol d'essai, on mesure habituellement la proportion d'organismes touchés et/ou la réaction des organismes expérimentaux après exposition à un échantillon non dilué (entier) ou à une concentration donnée.

Géostatistique – Branche de la statistique servant à décrire la dépendance spatiale des propriétés naturelles, de la contamination ou de la toxicité du sol, qui varient constamment dans l'espace. Les valeurs établies pour des endroits rapprochés sont plus semblables que celles établies pour des endroits éloignés, et la géostatistique permet de décrire cette dépendance spatiale.

Létal – Qui cause directement la mort. La mort des organismes expérimentaux est définie par l'interruption de tous les signes visibles de mouvement ou d'activité.

Loi du cosinus – Relation trigonométrique permettant de calculer toute longueur inconnue ou tout angle inconnu d'un triangle à partir d'au moins une longueur connue ou un angle connu. Cette loi met en relation les longueurs des côtés d'un triangle et le cosinus d'un des angles. Son expression mathématique est la suivante : $a^2 = b^2 + c^2 - 2bc[\cos(A)]$. Il est à noter que a, b et c correspondent aux longueurs du triangle et A, B et C, aux angles.

Paramètre – Mesure ou valeur (il peut y en avoir plus d'une) caractérisant les résultats d'un essai (p. ex., CI_{25}). La réaction des organismes expérimentaux (p. ex., mortalité, nombre de descendants produits, quantité de nitrate extraite du sol par les micro-organismes) constitue également un paramètre.

Réplicats – Échantillons de sol prélevés indépendamment dans un même lieu d'échantillonnage. Lorsqu'un seul échantillon est prélevé, il est traité comme un réplicat unique. Les échantillons additionnels sont considérés comme des réplicats supplémentaires s'ils sont traités de la même façon (peu importe qu'il s'agisse d'échantillons ponctuels ou d'échantillons composites provenant du même lieu), mais entreposés dans des récipients à échantillon distincts (p. ex., échantillons non regroupés ou, dans le cas d'échantillons composites, sans autre regroupement).

Sublétal – Se dit d'un effet nuisible se manifestant en deçà de la concentration ou du niveau de contamination causant directement la mort d'un organisme au cours d'un essai.

Toxicité – Capacité d'une substance ou d'une matière de provoquer un ou des effets nocifs tant létaux que sublétaux chez des organismes vivants.

Toxicité aiguë – Manifestation chez l'organisme expérimental d'un effet (létal ou sublétal) discernable peu de temps (habituellement quelques jours) après le début de l'exposition au sol d'essai.

Toxicité chronique – Effets nocifs qui se manifestent pendant ou après une exposition relativement longue à un ou plusieurs contaminants. Ces effets sont associés à des modifications sur les plans de la reproduction, de la croissance, du métabolisme, de l'aptitude à la survie ou d'autres variables biologiques (p. ex., le comportement).

Toxicologie – Science qui étudie la toxicité des substances, des matières ou des conditions d'un milieu. Cette science fait appel à une gamme illimitée de disciplines scientifiques, d'outils de laboratoire/de terrain ou d'études à divers niveaux d'organisation (p. ex., organisation moléculaire, espèce individuelle, population ou communauté). La toxicologie appliquée se propose normalement de définir la marge de sécurité de l'emploi d'une substance chimique ou d'autres agents.

Toxique – Se dit d'une substance ou d'une matière pouvant avoir des effets nocifs sur des organismes si tous les éléments de la voie d'exposition sont présents et si la concentration est suffisante.

Traitement – Désigne un sol d'essai précis (p. ex., sol de site, sol témoin négatif, sol de référence) provenant d'un lieu d'échantillonnage donné, une concentration de sol enrichi d'une substance chimique ou un mélange de sol d'essai, qu'on dilue avec un sol non contaminé préparé en laboratoire. Le sol d'essai en question est généralement subdivisé aux fins d'un essai toxicologique.

Traitement de répétition – Enceinte expérimentale individuelle de laboratoire renfermant un nombre prescrit d'organismes soumis à un traitement de la matière ou substance d'essai, ou encore à un ou des traitements de référence. Comme il s'agit d'une enceinte expérimentale indépendante, tout transfert d'organisme ou de matière d'essai d'une enceinte à une autre invaliderait l'analyse statistique fondée sur la répétition. Si les traitements de répétition font appel au même échantillon de sol prélevé sur le terrain, les sols de ces traitements constituent en fait des sous-échantillons.

Variogramme – Graphique illustrant la variation spatiale d'une variable (ISO, 2005a).

Remerciements

Le présent document a été rédigé par Natalie Feisthauer [Feisthauer Environmental, Cambridge (ON)], avec l'aide technique directe de Barry Zajdlik [Zajdlik & Associates Inc., Rockwood (ON)], Kathryn Bessie et Natasha Harckham [EBA Engineering Consultants Ltd., Calgary (AB)], et Jessica Velicogna (Environnement Canada), que nous remercions sincèrement pour avoir également colligé et incorporé les réponses aux commentaires des examinateurs aux fins de la version définitive du guide. Richard Scroggins [Section de l'évaluation biologique et normalisation, Environnement Canada, Ottawa (ON)] a agi comme autorité scientifique, en plus d'apporter son aide technique et d'orienter les travaux. Jörg Römbke (ECT Oekotoxikologie GmbH, Flörsheim, Allemagne) et Gladys Stephenson [Stantec Consulting Ltd., Guelph (ON)], en tant que membres du Groupe consultatif technique, ont fourni des conseils éclairés et une orientation scientifique aux auteures. Les personnes suivantes ont fourni de l'information en regard de différentes parties du guide : Barry Zajdlik – annexe C (Études de cas relatives au choix des stratégies d'échantillonnage et au calcul du nombre d'échantillons); Kathryn Bessie et Natasha Harckham – annexes B et D (Ressources en classification écologique et Géostatistiques, respectivement); Jessica Velicogna – annexes B et F (Ressources en classification écologique et Sites Web utiles, respectivement); Jessica Velicogna, avec l'apport technique direct de Doug Bright [AECOM Canada, Victoria (BC)] – sous-sections 6.2 et 6.5 (Sols minces/pierreux et Sol des milieux humides, respectivement). Nous sommes reconnaissants d'avoir eu la permission de reproduire l'information que contiennent les trois premières études de cas de l'annexe A. Les photographies de la plupart des profils des ordres de sols apparaissant à l'annexe E (Classification des sols) ont été reproduites avec la permission du Groupe de travail sur les pédo-paysages du Canada (2007); les deux photographies des vertisols sont une gracieuseté des Presses scientifiques du Conseil national de recherches du Canada (AAC, 1998). Les cartes sur la répartition géographique des ordres de sols du Canada, fournies à l'annexe E, ont été reproduites avec la permission de l'Université de la Saskatchewan (2009).

Nous remercions les membres suivants du Comité consultatif scientifique d'Environnement Canada, qui nous ont fourni beaucoup de commentaires, de suggestions et de documents utiles (photographies, références, rapports, etc.) au cours des différentes étapes ayant mené au présent guide : Doug Bright, Kathryn Bessie, Mark Crane (Watts & Crane Associates, Faringdon, Royaume-Uni), Gordon Dinwoodie [Ministère de l'Environnement de l'Alberta, Edmonton (AB)], Roman Kuperman (US Army, Maryland, États-Unis), John Jensen (National Environmental Research Institute, Silkeborg, Danemark), Juliska Princz [Environnement Canada, Ottawa (ON)] et Agnès Renoux [Sanexen Services environnementaux inc., Varennes (QC)].

Outre les membres du Comité consultatif scientifique qui ont examiné le rapport, les personnes suivantes ont revu les versions initiale et/ou définitive du document et fourni des commentaires précieux : Stephan Jänsch (ECT Oekotoxikologie GmbH, Flörsheim, Allemagne), Barry Zajdlik, Jessica Rahn [Environnement Canada, Ottawa (ON)] et Lee Beaudette [Environnement Canada, Ottawa (ON)].

Nous remercions également les personnes suivantes, qui nous ont fourni des diagrammes et des photographies d'échantillonnage de sol et d'échantillonneurs : Kathryn Bessie, Doug Bright, Natasha Harckham, Juliska Princz, Agnès Renoux, Jörg Römbke, Ben Smith [Stantec Consulting Ltd, Guelph (ON)] et Gladys Stephenson.

Introduction

1.1 Contexte

Le sol constitue la strate supérieure de la croûte terrestre. Cette strate a été transformée par l'altération météorique et des processus biologiques en un mélange complexe et hétérogène de particules minérales, de *matière organique*, d'eau, d'air et d'organismes vivants. Pour le Canada, le sol est une ressource précieuse qu'il est prioritaire de protéger.

Les principales causes de la dégradation du sol englobent l'érosion, la perte de matière organique et la contamination chimique. Dans de nombreuses régions du pays, les contaminants organiques et inorganiques associés à des activités anthropiques comme l'extraction et la transformation des ressources, la fabrication, l'agriculture et l'urbanisation ont dégradé le sol.

Le Groupe de travail sur la gestion des lieux contaminés, un comité interministériel fédéral créé en 1995, a attribué une priorité élevée à l'évaluation normalisée et à l'*assainissement* des lieux contaminés partout au pays. Le Conseil canadien des ministres de l'environnement (CCME) a publié des guides sur l'évaluation des lieux contaminés (CCME, 1993a, 1993b) et sur l'évaluation à plusieurs niveaux du risque écotoxicologique associé à ces lieux (CCME, 1996a, 1997). Jusqu'à maintenant, la plupart des *évaluations du risque écologique* des lieux contaminés reposaient uniquement sur des méthodes d'estimation de la *toxicité* de substances chimiques données à partir des *concentrations* des contaminants dans le sol ou dans l'eau de porosité du sol. Toutefois, on constate de plus en plus que ces évaluations intègrent des *essais biologiques* mesurant directement la toxicité des sols contaminés, ce qui rend la gestion des lieux contaminés encore plus efficace (Stephenson et coll., 2002; Lanno, 2003; Thompson et coll., 2005).

Il est reconnu que les méthodes d'*échantillonnage*, de manipulation, d'entreposage, de transport, de préparation et de conditionnement des sols contaminés peuvent influer grandement sur les résultats des analyses chimiques et des essais biologiques sur des sols contaminés. Il existe de nombreux guides sur l'échantillonnage, le prélèvement, la manipulation et la préparation des sols en vue de leur analyse chimique, mais aucun ne porte sur ces méthodes en lien avec des sols contaminés.

1.2 Objet et champ d'application du guide

Les essais de toxicité avec des espèces terrestres (p. ex., plantes, macro-invertébrés, micro-invertébrés, champignons, bactéries) exposées directement aux contaminants du sol d'un *site* peuvent fournir des renseignements précieux qui éclaireront les processus décisionnels connexes à la gestion des lieux contaminés au Canada. Les résultats de ces essais peuvent constituer un élément de preuve aux fins de l'approche utilisant le poids de la preuve dans la gestion d'un lieu contaminé. Ils peuvent aussi servir d'outil pour enrichir les données sur un site ou être utilisés pour examiner l'interaction mécaniste entre les contaminants et les récepteurs écologiques (p. ex., végétaux, animaux et micro-organismes) du site.

On utilise les données toxicologiques pour évaluer le *risque* que présentent les contaminants du sol pour les organismes endogés. On peut aussi procéder à des études de bioaccumulation chez des organismes endogés pour estimer le risque associé au transfert trophique des contaminants du sol. De plus, on peut utiliser les données des essais portant sur des lieux précis pour établir, en se fondant sur le contact direct des contaminants avec des organismes inféodés au sol, des objectifs d'assainissement propres à ces lieux. Environnement Canada a publié récemment des méthodes d'essai biologique normalisées où des vers de terre, des plantes et des collemboles (arthropodes terricoles) (EC, 2004a, 2005a, 2007a, respectivement) sont soumis à des essais toxicologiques sur des sols contaminés provenant de sites donnés.

Même s'il existe maintenant un certain nombre de guides sur les essais toxicologiques applicables à des sites donnés (p. ex., EC, 2004a, 2005a, 2007a), aucun guide exhaustif ne porte sur l'échantillonnage, la manipulation, le transport, l'entreposage, la préparation et le conditionnement de sol aux fins d'essais biologiques. Beaucoup de documents d'orientation traitent de l'échantillonnage et du prélèvement de sol en vue d'une caractérisation chimique (USEPA,

1986, 2002a, 2002b, 2006; Mason, 1992; CCME, 1993a, 1993b; ISO, 2002a, 2002b, 2002c, 2003a, 2005b, 2005c, 2005d). Toutefois, selon qu'un sol doit être soumis à des essais biologiques ou à des analyses chimiques, les objectifs et les procédures d'échantillonnage, de prélèvement et de préparation sont souvent fort différents. Ce sont les participants à un atelier du Conseil national de recherches du Canada sur les essais toxicologiques applicables à l'écotoxicité du sol qui ont été les premiers à reconnaître qu'il était impérieux de disposer d'un guide exhaustif (CNRC, 1995). Plus récemment, les participants à un atelier multidisciplinaire organisé par Environnement Canada ont également convenu qu'il faudrait accorder une priorité élevée à la conception d'un guide sur le prélèvement et la préparation de sol aux fins d'essais biologiques (EC, 2003a). L'objectif clé de cet atelier était de prioriser les nouvelles méthodes et les nouveaux guides d'essai toxicologique pour évaluer l'incidence de mélanges de contaminants du sol sur des espèces terrestres d'importance écologique présentes dans les systèmes édaphiques du Canada. Enfin, un groupe de travail du programme sur le sol et l'eau souterraine au niveau de l'objectif, mis sur pied en mars 2007 par les responsables du Programme de recherche et de développement énergétiques (Environnement Canada), a aussi reconnu que l'élaboration d'un guide exhaustif était une question prioritaire.

On a eu recours à des essais biologiques sur des sols afin d'appuyer les programmes d'*évaluation du risque écologique* de sites donnés (p. ex., évaluations du risque au niveau 3). Jusqu'à tout récemment, aucune réglementation n'exigeait l'utilisation de données d'essais de toxicité avec des organismes terrestres pour appuyer les décisions en matière de gestion des lieux contaminés au Canada. Le ministère de l'Environnement de l'Alberta a cependant publié des lignes directrices sur l'assainissement des sols et des eaux souterraines (gestion de niveau 2) (MEA, 2007a). Ces lignes directrices décrivent la façon d'utiliser les essais toxicologiques avec des espèces terrestres (p. ex., vers de terre, plantes) pour établir des objectifs de gestion de niveau 2 de sites donnés en regard de voies d'exposition directe. Des directives précises sur l'emploi des données de ces essais sont fournies dans le protocole provisoire connexe (MEA, 2007b). Pour le moment, toutefois, cette approche ne s'applique qu'aux sols contaminés par le benzène, le toluène, l'éthylbenzène et le xylène, de même que par les hydrocarbures pétroliers (HCP).

1.2.1 Objet du guide

Le présent guide s'adresse aux évaluateurs et aux gestionnaires de lieux contaminés et du risque. Il renferme des indications sur les méthodes et procédures de conception d'un programme d'échantillonnage, de même que sur l'échantillonnage, la manipulation, le transport, l'entreposage et la préparation de *sol contaminé* aux fins d'essais biologiques. Les essais biologiques sur des *échantillons* de sol de sites donnés sont censés faire partie d'une évaluation du risque à un niveau plus élevé (p. ex., niveaux 2 ou 3). Il convient de souligner que les indications fournies ici partent de l'hypothèse selon laquelle des données sur la caractérisation des substances chimiques et sur les propriétés physiques et chimiques du sol à l'étude ont déjà été recueillies au cours de phases antérieures du processus de gestion des lieux contaminés.

1.2.2 Champ d'application du guide

Le présent document porte sur l'échantillonnage, la manipulation, le transport, l'entreposage et la préparation de sol contaminé aux fins d'essais toxicologiques monospécifiques et d'essais microbiens principalement. Toutefois, il peut aussi servir à des essais plurispécifiques en microcosme, applicables dans des cas précis d'évaluation de lieux contaminés.

Les données d'essais toxicologiques ne devraient pas être utilisées isolément comme élément de preuve quant aux effets des contaminants du sol d'un lieu donné. Elles devraient plutôt être utilisées de pair avec des données d'analyse chimique et, idéalement, des données d'inventaire écologique. Les résultats des essais toxicologiques peuvent constituer un élément de preuve aux fins de l'approche utilisant le poids de la preuve. Cette approche intégrée, qui fait appel à des données chimiques, toxicologiques et écologiques, ressemble à l'approche d'analyse en triade utilisée pour évaluer et gérer le risque associé à un sédiment contaminé. On considère que l'information qu'elle fournit sur le risque associé à la contamination du sol est plus exacte que celle tirée d'un seul élément de preuve, étant donné qu'elle réduit l'incertitude (Jensen et coll., 2006a; Mesman et coll., 2006; EC, 2008). On trouvera de plus amples détails sur l'utilisation de multiples éléments de preuve dans les évaluations du risque écologique et la gestion des lieux contaminés dans EC (1999) et dans Jensen et Mesman (2006).

Lorsqu'un sol est contaminé par un ou des composés à des concentrations très élevées ou très faibles, il est habituellement inutile de procéder à des essais

biologiques pour éclairer la décision en matière de gestion d'un lieu contaminé, car de tels essais ne réduiront pas l'incertitude, qui n'est déjà pas très grande.

Voici la liste des essais et études qui *ne font pas partie* du champ d'application du présent guide :

1. caractérisation de la contamination du sol d'un site[1];
2. caractérisation des propriétés physiques et chimiques du sol d'un site;
3. tests *in situ* (p. ex., exposition de vers de terre, évaluation de sacs de litière, bandes appâtées)[2];
4. inventaire écologique (p. ex., plantes, invertébrés, espèces sauvages)[2];
5. échantillonnage sur le terrain de tissu végétal, d'invertébrés ou d'espèces sauvages[2];
6. mesure sur le terrain de la structure microbienne du sol (p. ex., sondes à ADN);
7. essai de dégradation microbienne;
8. identification taxinomique des invertébrés sur le terrain, dans des carottes de sol ou dans des *échantillons en vrac*;
9. prélèvement d'un lixiviat ou d'un élutriat du sol et essai sur cette matière;
10. prélèvement d'eau de porosité du sol et essai sur cette matière.

1.2.3 Avantages et limites des essais biologiques dans l'évaluation et l'assainissement des lieux contaminés

À l'heure actuelle, la quantification des concentrations de composés individuels ou de groupes de composés présents dans un sol de site constitue l'approche la plus fréquente pour estimer le risque associé à un sol contaminé. Si les concentrations sont supérieures à un critère réglementaire générique, à une norme ou à une recommandation applicable à un composé ou groupe de composés précis, on considère que le sol présente un danger pour les récepteurs écologiques (et/ou pour les humains, selon le mode de dérivation de la valeur en question). Les critères réglementaires, les normes ou les recommandations sont généralement propres à des substances chimiques spécifiques. Ils sont établis à partir de données d'essai toxicologique monospécifique et intègrent habituellement des facteurs d'incertitude, de rajustement ou de sécurité plutôt que des données sur la *biodisponibilité* et l'interaction des contaminants, par exemple, d'un lieu en particulier.

L'intégration des concentrations mesurées des contaminants du sol dans les données d'essais biologiques propres à un site (p. ex., essais toxicologiques monospécifiques, *essais sur la fonction microbienne*) donne une estimation d'ensemble plus précise du risque que présente un sol contaminé pour les récepteurs écologiques en contact direct avec le sol. En effet, sont intégrées dans les données tirées des essais biologiques propres à un site la toxicité intrinsèque du contaminant (il peut y en avoir plus d'un) et de ses mélanges dans le sol, d'une part, et la biodisponibilité du ou des contaminants en fonction des conditions propres au site, d'autre part. Les conditions d'un site qui influent sur la biodisponibilité d'un contaminant incluent, mais sans s'y limiter : 1) les caractéristiques physiques et chimiques du sol; 2) la spéciation du contaminant et le degré de vieillissement et/ou d'altération météorique; 3) la toxicité globale des mélanges de contaminants (p. ex., toxicité additive, synergique ou antagoniste) (Greene et coll., 1989). Les essais biologiques propres à un site facilitent également la production de données toxicologiques pour des espèces expérimentales choisies qui, d'un point de vue écologique, sont plus caractéristiques du site d'étude que les espèces utilisées pour établir des recommandations. En outre, ces essais permettent de détecter les effets de tous les contaminants *toxiques* du sol, y compris ceux qui ne sont pas mesurés ou détectés par analyse chimique.

---

[1] On peut utiliser un essai toxicologique pour mieux cibler l'échantillonnage de substances chimiques dans des portions d'un site où la biodisponibilité (c.-à-d. la toxicité) des contaminants a été confirmée lors d'essais sur des échantillons de sol prélevés antérieurement.

[2] Aux fins d'une évaluation du risque écologique d'un sol contaminé, tout plan d'échantillonnage conçu pour un essai biologique devrait inclure des considérations statistiques en ce qui a trait aux tests *in situ* ou aux inventaires écologiques afin que les résultats des essais toxicologiques et des études sur le terrain puissent être intégrés et corrélés avec les données sur la chimie du sol, ce qui fournira une estimation plus précise des effets écologiques indésirables (Linder et coll., 1992).

Les avantages des essais biologiques dans l'évaluation des lieux contaminés sont documentés depuis plus de vingt ans (Thomas et coll., 1986; Athey et coll., 1987; Spurgeon et coll., 2004; Dirven-van Breemen et coll., 2006; Römbke et coll., 2006a). Diverses méthodes peuvent être employées pour évaluer la toxicité d'*échantillons de sol* provenant d'un lieu contaminé. Les trois principales sont les suivantes :

1. essai sur un ou plus d'un échantillon de sol provenant d'un lieu contaminé et comparaison des résultats avec un *sol de référence* ou un sol témoin négatif approprié;

2. essai sur des échantillons de sol provenant d'un lieu représentatif d'une série de concentrations d'exposition (c.-à-d. présentant différents degrés de contamination) ou sur des échantillons de sol prélevés le long d'un gradient connu de concentrations de substances chimiques;

3. essai sur des échantillons de sol contaminé représentant une série de concentrations d'exposition, une fois ces échantillons dilués avec un sol témoin négatif ou un sol de référence.

Deux autres méthodes pourraient être envisagées lorsque les échantillons de sol renferment un ou des co-contaminants :

4. essai sur des échantillons de sol enrichis de ce ou ces co-contaminants à une concentration précise et uniforme pour tous les échantillons;

5. essai sur un échantillon de sol enrichi de ce ou ces co-contaminants à une concentration précise, une fois cet échantillon dilué avec un sol de référence ou un sol témoin négatif afin d'obtenir une série de concentrations d'exposition.

Stantec (2004) et Stephenson et coll. (2008) présentent des analyses détaillées de ces méthodes.

Les essais biologiques présentent des avantages positifs en matière de gestion des lieux contaminés, mais aussi des limites quant à l'application et à l'utilisation de ces essais et de leurs données. Le tableau 1 présente un résumé de ces avantages et limites.

Compte tenu des avantages et limites des essais biologiques en regard de l'évaluation d'un lieu contaminé, il est vivement recommandé d'assortir tout programme d'essais d'une *batterie d'essais* normalisés. On n'insistera jamais trop sur l'importance d'utiliser plus d'un type d'essai et plus d'une espèce expérimentale dans les évaluations écotoxicologiques, car cette façon de procéder fournit de l'information sur : la sensibilité relative de différents groupes d'organismes (p. ex., les invertébrés par rapport aux plantes); le risque relatif associé à différentes voies d'exposition par contact avec le sol (p. ex., l'eau de porosité du sol par rapport à l'ingestion de sol en vrac et à la vapeur du sol); la sensibilité relative d'espèces du même type (p. ex., différentes espèces végétales); le risque relatif associé à différents niveaux trophiques (p. ex., fonction microbienne non altérée, mais perturbation de la reproduction d'arthropodes se nourrissant de micro-organismes). Le recours à une batterie complète d'essais (c.-à-d. de multiples types d'essais et d'espèces) réduit l'incertitude associée à la pertinence écologique et à la précision de l'élément de preuve de toxicité. Même s'ils ne constituent pas des essais monospécifiques comme tels, les essais de fonctionnalité microbienne devraient être inclus dans la batterie d'essais toxicologiques, étant donné qu'ils donnent une indication de la fonction (p. ex., cycle des nutriments) et de la diversité microbiennes à la base du réseau trophique terrestre.

L'utilisation de plus d'une espèce dans une batterie d'essais a pour avantage supplémentaire de permettre d'inclure, outre des espèces expérimentales standard, des espèces indigènes (non standard) propres au site. Les données toxicologiques des essais avec des espèces standard et des espèces indigènes réduisent l'incertitude et améliorent la précision de l'estimation du risque écologique, mais les résultats pourraient être très variables et incohérents, étant donné qu'on ne connaît pas *a priori* la performance des espèces indigènes. Ainsi, quand on utilise des méthodes normalisées et des espèces standard, la performance des espèces expérimentales, la variation de leur réponse et le rendement de l'essai sont connus.

De plus, si une batterie d'essais inclut un nombre suffisant de types d'essais (p. ex., survie et reproduction d'invertébrés, levée des plantules et croissance des semis, fonction microbienne) et d'espèces (p. ex., trois espèces végétales, deux espèces de vers de terre, différentes espèces d'arthropodes terricoles, série d'essais microbiens), on peut établir la *distribution de la sensibilité des espèces* (DSE) (Posthuma et coll., 2002). Lorsqu'on ne dispose pas de renseignements détaillés sur les sensibilités relatives de différentes espèces terricoles en regard d'un éventail de types de contaminants et de conditions environnementales,

Tableau 1. Avantages et limites des essais biologiques utilisés dans l'évaluation des lieux contaminés

Avantages des essais biologiques en tant qu'éléments de l'évaluation des lieux contaminés
• Les essais biologiques fournissent une estimation directe de la toxicité résultant d'expositions à court et à long terme.
• Les essais biologiques peuvent constituer une mesure substitutive fiable de la biodisponibilité du ou des contaminants.
• Les essais biologiques permettent de choisir des espèces expérimentales pertinentes et donnent des mesures probantes de différents paramètres (comme la survie, la croissance et la reproduction).
• Les résultats des essais se prêtent à des analyses de l'assurance et/ou du *contrôle de la qualité* en laboratoire.
• Les essais biologiques pourraient révéler des signes avant-coureurs d'un changement à l'échelle de l'écosystème, c'est-à-dire avant qu'un tel changement soit observé sur le terrain.
• Les organismes expérimentaux réagissent à l'influence combinée des caractéristiques physicochimiques et des contaminants du sol.
• Les essais biologiques permettent de faire la distinction entre l'influence qu'exercent respectivement, sur les organismes biologiques, les caractéristiques physicochimiques et les contaminants du sol (en supposant qu'un sol de référence bien apparié est également mis à l'essai).
• Les essais biologiques donnent une estimation de la toxicité globale d'un sol contaminé par un mélange complexe (et/ou inconnu) de substances ou de produits chimiques.
• Les essais biologiques fournissent une estimation de la toxicité de contaminants pour lesquels il n'existe pas de norme fiable d'extraction ou d'analyse chimique, ni d'étalon chimique.
• Les essais biologiques donnent une estimation de la toxicité de contaminants ou de mélanges de contaminants pour lesquels il n'existe pas de normes ou de recommandations.
• Les essais biologiques permettent de produire des données sur des substances précises en vue de l'établissement de recommandations ou de normes sur la qualité des sols.
• Les essais biologiques peuvent constituer une solution de rechange aux analyses chimiques multiples lorsque le site est contaminé ou présumé contaminé par un mélange complexe de composés.
• Les sites peuvent être cartographiés sous l'angle de la biodisponibilité des contaminants du sol afin de rendre encore plus précises les évaluations du risque et/ou de cibler les mesures d'assainissement.
• Des sites multiples à restaurer peuvent être priorisés d'après la biodisponibilité du ou des contaminants.
• Les essais biologiques permettent d'estimer le risque en regard de voies précises d'exposition par contact avec le sol (p. ex., eau de porosité ou vapeur du sol, sol en vrac).
• Les essais biologiques permettent d'estimer le risque pour les fonctions et la structure (biodiversité) de la biocénose du sol.
• Les essais en microcosme peuvent servir à estimer le risque pour les communautés fauniques et floristiques.
• Les essais en microcosme peuvent être utilisés pour mesurer les effets des interactions entre deux espèces ou plus sur la toxicité du sol (p. ex., prédation exerçant un stress accru sur les proies) ou les effets de la toxicité du sol sur les interactions entre les espèces (p. ex., augmentation des ressources alimentaires attribuable à la réduction de la compétition interspécifique).
• La bioaccumulation de contaminants chez les organismes expérimentaux est mesurable directement, ce qui permet d'évaluer plus précisément le risque que représente le transfert trophique de contaminants pour les organismes des niveaux trophiques supérieurs (p. ex., oiseaux vermivores, rongeurs granivores).

- Les essais biologiques peuvent servir à évaluer l'efficacité des techniques d'assainissement et à confirmer que l'assainissement a été fructueux.
- Les essais biologiques peuvent servir à la surveillance à long terme des activités d'assainissement.
- L'utilisation de méthodes d'essai et de modes opératoires normalisés peut fournir des données comparatives pour d'autres lieux contaminés semblables.
- Si une batterie d'essais et diverses espèces expérimentales sont utilisées, il est possible d'établir une DSE et d'en tirer des points de repère ou des objectifs d'assainissement plus réalistes et, peut-être, moins restrictifs pour des sites donnés.
- Les essais monospécifiques de *toxicité chronique* ou à long terme sont habituellement plus sensibles que les études sur le terrain, et le risque d'obtenir des faux négatifs est relativement faible.

Limites des essais biologiques utilisés dans l'évaluation des lieux contaminés

- On ne peut identifier la ou les substances chimiques contribuant à la toxicité d'un mélange sans procéder à une analyse chimique (mais l'évaluation qualitative de la toxicité peut faciliter l'identification de la substance ou de la combinaison de substances causales).
- Les essais de toxicité *chronique* ou sublétale prennent relativement plus de temps que les analyses chimiques, mais il existe maintenant des *essais préalables* rapides.
- La sensibilité des essais de *toxicité aiguë létale* est parfois peu élevée, d'où une sous-estimation possible des effets à long terme de la contamination; même les données d'essais de toxicité chronique peuvent sous-estimer la toxicité, étant donné que la durée des essais ne représente qu'une fraction de la durée de l'exposition *in situ*.
- Les essais biologiques peuvent être plus coûteux que les analyses chimiques courantes d'un sol; toutefois, ces essais peuvent présenter un bon rapport coût-efficacité comparativement à certaines analyses de substances chimiques organiques et inorganiques ou lorsqu'on est en présence d'un mélange complexe.
- Les méthodes d'essai n'ont été normalisées que pour un nombre minimal d'espèces.
- Les caractéristiques physiques et chimiques d'un sol (p. ex., pH extrême, forte salinité, *fertilité* peu élevée) peuvent avoir un effet indésirable sur la performance des espèces expérimentales, indépendamment des contaminants présents tout autant qu'en combinaison avec ceux-ci.
- Il peut être difficile de trouver un sol de référence bien apparié pour discerner les effets des caractéristiques physiques et chimiques d'un sol contaminé sur la performance des espèces expérimentales.
- Les essais biologiques sont habituellement exécutés dans des conditions optimales pour les espèces expérimentales – ces dernières ne sont pas exposées à des stresseurs abiotiques représentatifs du milieu naturel (p. ex., sécheresse, températures extrêmes).
- Les essais toxicologiques monospécifiques ne mesurent habituellement pas l'influence des interactions entre les espèces (p. ex., stress accru à cause de la prédation).
- Par rapport aux espèces expérimentales standard, la sensibilité des espèces indigènes d'un site est souvent inconnue (p. ex., l'adaptation à la présence d'un contaminant pourrait réduire cette sensibilité).
- La pertinence écologique des espèces expérimentales standard ou des essais normalisés peut être limitée par rapport au site d'étude.
- Comme des incertitudes entourent l'extrapolation des résultats des essais en laboratoire aux effets *in situ*, les essais biologiques et les analyses chimiques du sol devraient, idéalement, être assortis d'inventaires écologiques et d'un échantillonnage des espèces fauniques et floristiques afin d'accroître la confiance dans les conclusions touchant la toxicité et/ou la bioaccumulation du ou des contaminants du site.

[a] Sources : Thomas et coll., 1981; Athey et coll., 1987; Greene et coll., 1989; Warren-Hicks et coll., 1989; CNRC, 1995; EC, 1999, 2003a; Weeks et coll., 2004; Jensen et Mesman, 2006.

on peut établir la DSE à partir des données propres à un site (EC, 2003a). Il est possible de modéliser statistiquement la DSE et de s'en servir pour déterminer la concentration seuil avec effet des contaminants d'un site, ce qui facilitera l'estimation du degré de déficience biologique en lien avec les concentrations des contaminants du sol (EC, 2003a). Les DSE sont couramment utilisées dans la *gestion du risque* lié aux écosystèmes terrestres et aquatiques du Canada (CCME, 1999; Gaudet et coll., 2001). Le type et la quantité de données nécessaires à l'établissement d'une DSE dont on tirera des recommandations ou des objectifs d'assainissement pour un lieu donné sont fonction des exigences réglementaires de la compétence chargée de la gestion des lieux contaminés.

1.2.4 Mode d'emploi du présent guide

Le présent guide est divisé en six sections : la section 1 renferme l'introduction; la section 2 traite de l'application des essais biologiques à l'évaluation des lieux contaminés; la section 3 décrit les méthodes et modes opératoires universels d'échantillonnage, de manipulation, de transport, d'entreposage et de préparation de sol aux fins des essais biologiques; la section 4 renferme des recommandations et des procédures relatives à l'échantillonnage, à la manipulation, au transport, à l'entreposage et à la préparation de sol contaminé par des composés volatils ou instables; la section 5 inclut des recommandations et des procédures relatives au conditionnement d'échantillons de sol qui, tels qu'ils ont été prélevés, ne conviennent pas aux essais biologiques; la section 6 donne des indications sur l'échantillonnage, la manipulation, le transport, l'entreposage et la préparation de sol provenant d'*écozones* auxquelles certains des modes opératoires universels décrits à la section 3 ne s'appliquent pas ou ne conviennent pas (p. ex., écozones de la forêt boréale, de la taïga et de la toundra).

Les lecteurs qui ne connaissent pas très bien l'application des essais biologiques aux évaluations des lieux contaminés devraient d'abord consulter la section 2, qui renferme des recommandations quant aux types d'essais biologiques à exécuter, des détails sur les essais recommandés et des indications sur l'utilisation des données toxicologiques issues des essais dans la gestion des lieux contaminés. Les lecteurs qui ont une meilleure connaissance de l'application des essais biologiques à l'évaluation des lieux contaminés et qui souhaitent obtenir des indications détaillées sur la conception de plans d'étude et de programmes d'échantillonnage, sur le prélèvement et la manipulation d'échantillons de sol aux fins d'essais biologiques et sur le transport, l'entreposage et la préparation de sol avant les essais biologiques devraient consulter les modes opératoires universels décrits à la section 3. Les lecteurs qui aimeraient savoir comment échantillonner, manipuler, transporter, entreposer et préparer, en vue d'essais biologiques, des sols contaminés par des composés volatils ou instables sont priés de se référer à la section 4 après avoir consulté la section 3. Les lecteurs dont l'étude comporte des objectifs exigeant un conditionnement des échantillons de sol plus poussé que celui décrit à la section 3 ou qui ont besoin de conseils sur les sols difficiles à préparer devraient se référer à la section 5 après avoir consulté la section 3. Enfin, les lecteurs qui ont besoin d'indications sur les procédures particulières d'échantillonnage, de manipulation, de transport, d'entreposage et de préparation de sol provenant d'écozones auxquelles certains des modes opératoires décrits à la section 3 ne s'appliquent pas devraient se référer à la section 6 après avoir consulté la section 3.

Application des essais biologiques à l'évaluation de lieux contaminés

La présente section porte sur les essais biologiques recommandés pour évaluer la toxicité de lieux contaminés. Elle renferme une brève description des types d'essais et de données convenant le mieux à l'évaluation et à la gestion des lieux contaminés. Les essais retenus sont ceux qui sont considérés comme des outils d'évaluation préalable utiles et ceux qui se prêtent le mieux à des évaluations toxicologiques définitives plus exhaustives. Les études de cas présentés à l'annexe A illustrent l'emploi d'essais biologiques dans la gestion des lieux contaminés.

2.1 Essais recommandés pour évaluer la toxicité de lieux contaminés

Seuls les essais pour lesquels il existe des méthodes normalisées, des normes ou des lignes directrices nationales (p. ex., celles d'Environnement Canada) ou internationales [p. ex., celles de l'Organisation internationale de normalisation (ISO)] sont recommandés. Les motifs suivants ont présidé au choix des méthodes d'essai retenues : 1) elles ont été mises au point par des experts de renommée internationale; 2) leur conception reposait sur les meilleures connaissances et pratiques du moment; 3) elles ont été examinées par des pairs multidisciplinaires de la communauté scientifique; 4) elles ont été soumises à une validation intralaboratoire et interlaboratoire afin de déterminer le degré de variation des résultats à l'intérieur d'un laboratoire et entre les laboratoires; 5) elles sont assorties d'une application rigoureuse de procédures d'assurance et de contrôle de la qualité (AQ/CQ) (EC, 1999; Spurgeon et coll., 2002). Il est également recommandé de confier les essais biologiques à des laboratoires dont l'expérience est confirmée et qui appliquent des procédures d'AQ/CQ aux essais. Au Canada, on aura recours à des laboratoires accrédités par une organisation de normalisation, comme l'Association canadienne d'accréditation des laboratoires (l'ancienne Association canadienne des laboratoires d'analyse environnementale) ou le Conseil canadien des normes. Lorsqu'on utilise les données d'un ensemble cohérent d'essais normalisés exécutés par des laboratoires dont le personnel est qualifié et expérimenté, on peut déterminer et réduire au minimum la variation des procédures et pratiques (EC, 1999; Römbke et coll., 2006a).

Cela ne signifie pas pour autant que les méthodes non normalisées conçues et appliquées selon des principes scientifiques éprouvés ne conviennent pas à l'évaluation des lieux contaminés. Ainsi, il n'existe pas de méthode d'essai normalisée pour certaines espèces expérimentales ou certains paramètres d'évaluation [p. ex., interaction entre les niveaux trophiques, profil physiologique de la communauté (PPC)]. Toutefois, les méthodes normalisées appliquées par un personnel expérimenté ont pour avantage de produire des données pertinentes, reproductibles, fiables et robustes sur la toxicité du sol d'un lieu contaminé.

2.1.1 Essais toxicologiques monospécifiques et essais microbiens

Les essais recommandés aux fins de l'évaluation des lieux contaminés incluent les essais préalables, les essais de toxicité chronique et les *essais définitifs*, tous monospécifiques, et les essais microbiens. Les essais toxicologiques monospécifiques ont deux composantes : le sol contaminé et l'espèce expérimentale exposée à ce sol. Une enceinte expérimentale peut contenir un ou des individus de la même espèce. Les réactions ou réponses (*paramètres*) d'organismes entiers aux essais incluent communément la survie, la levée des plantules, la croissance et la reproduction. Les essais microbiens servent à évaluer l'effet des contaminants du sol sur la communauté microbienne indigène du sol et sur sa fonction. Les paramètres courants de ces essais sont d'ordre structurel (composition de la communauté microbienne du sol) ou fonctionnel (processus à médiation biologique, comme le cycle des nutriments, la décomposition de la matière organique ou la respiration du sol); la mesure de l'activité, de la biomasse ou de la structure et de la diversité de la communauté microbienne permet d'estimer ces paramètres (Römbke et coll., 2003). Étant donné que les essais toxicologiques monospécifiques et les essais microbiens fournissent de l'information sur la toxicité directe du sol pour les organismes endogés de niveau supérieur et sur la capacité intrinsèque du sol d'assurer la survie de ces organismes et de leurs populations, respectivement, il est recommandé d'inclure ces deux types d'essais dans la batterie d'essais utilisée pour évaluer un lieu contaminé (EC, 2003a). À l'heure actuelle, il n'est pas conseillé d'employer seuls les essais sur la

structure et la fonction microbiennes, car il est difficile d'interpréter les données, sauf lorsque celles-ci sont recueillies sur une longue période et à une fréquence démontrant l'existence d'une tendance (EC, 2003a).

De plus, il est recommandé d'utiliser les méthodes d'essai d'Environnement Canada (lorsqu'elles existent) de préférence à des méthodes semblables, étant donné qu'elles ont été conçues expressément pour des espèces, des conditions expérimentales et des types de sols propres aux écosystèmes canadiens, de même que pour l'évaluation d'un sol contaminé prélevé sur le terrain plutôt que d'un sol enrichi de substances chimiques – il convient toutefois de souligner que ces méthodes peuvent être employées pour ces deux types de sols (EC, 2004a, 2005a, 2007a).

On trouvera au tableau 2 une brève description des essais monospécifiques et des essais microbiens, de même que des références pour chaque méthode d'essai. La liste de ces essais n'étant pas exhaustive, les lecteurs sont invités à consulter les ouvrages scientifiques si les essais mentionnés au tableau 2 ne répondent pas aux besoins propres à un site donné.

2.1.2 Essais en microcosme

Les données d'un grand nombre d'essais monospécifiques et d'essais sur la structure et la fonction microbiennes permettent de mieux comprendre l'incidence des contaminants du sol sur la biocénose *in situ*. C'est particulièrement le cas depuis l'amélioration de la pertinence écologique des méthodes d'essai normalisées plus récentes (EC, 2003b). Toutefois, l'extrapolation des résultats de ces essais en effets sur le terrain est toujours empreinte de limites et d'une grande incertitude. Les essais en laboratoire ont pour avantage de permettre de bien définir et de bien contrôler l'exposition des espèces expérimentales et les conditions ambiantes. Par contre, ils n'incluent pas toutes les conditions abiotiques du terrain et, surtout, ils ne tiennent pas compte des effets des interactions, à l'échelle de la communauté, entre les différentes espèces et populations. En théorie, les expériences menées sur le terrain, c'est-à-dire dans des conditions et à des échelles spatiales réalistes, donneraient une mesure plus précise des effets indésirables sur les récepteurs écologiques. Cependant, les résultats de ces expériences varient grandement et sont biaisés par des facteurs incontrôlables, comme les variations climatiques et la qualité de l'habitat (Bombardier, 2004). Les essais en microcosme peuvent constituer un compromis entre les études contrôlées et précises en laboratoire et les études réalistes sur le terrain. Un microcosme étant une réduction du milieu naturel, tout essai en laboratoire fournissant des données à un niveau biologique d'organisation de plus d'une espèce est considéré comme un essai en microcosme (Bombardier, 2004). On peut aussi définir les essais en microcosme comme des « systèmes de laboratoire contrôlés et reproductibles qui tentent de simuler les processus et interactions d'éléments constitutifs dans une portion d'un écosystème [terrestre] naturel. Les conditions et limites environnementales sont contrôlées par le chercheur, et plus d'une espèce devrait être incluse dans les essais, préférablement à un niveau trophique plus élevé que celui des micro-organismes » [d'après Morgan et Knacker (1994), cité dans Bombardier (2004)].

L'utilisation d'essais en microcosme dans une évaluation écotoxicologique comporte de nombreux avantages, dont les suivants :

1. un meilleur contrôle des variables environnementales;
2. la capacité de mettre en place les conditions d'exposition propres à l'étude;
3. une moins grande variation que les études sur le terrain;
4. des coûts et une intensité de main-d'œuvre moins élevés que les études sur le terrain;
5. la collecte d'information sur la fonction d'un écosystème;
6. la possibilité d'estimer l'influence des interactions des espèces sur les effets (dont les effets indirects ou secondaires) d'un contaminant;
7. la possibilité de reproduire les essais pendant une période donnée afin de recueillir de l'information sur le rétablissement de l'écosystème et/ou l'efficacité des mesures d'assainissement (Spurgeon et coll., 2002; EC, 2003a; Bombardier, 2004).

Les essais en microcosme aux fins d'une évaluation écotoxicologique incluent les limites suivantes :

1. ils sont trop simplistes pour permettre une évaluation réaliste des effets sur l'écosystème;
2. ils sont trop complexes pour donner des estimations directes de la toxicité pour les espèces expérimentales;

3. ils ont tendance à être moins sensibles que les essais toxicologiques monospécifiques à cause de la résilience et de la redondance de l'écosystème;

4. ils sont plus coûteux et plus exigeants en main-d'œuvre que les essais monospécifiques;

5. ils excluent les espèces fauniques de plus grande taille (Kuperman et coll., 2002; EC, 2003b).

Pour un essai en microcosme, on utilise habituellement une carotte de sol intact ou un échantillon en vrac (remanié) enfermé dans un cylindre dont les dimensions peuvent varier. Les procédures de préparation et de manipulation d'un échantillon en vrac (sous forme de colonne de sol) peuvent varier. Le plus souvent, les contaminants sont ajoutés par dépôt topique (p. ex., pulvérisation d'un pesticide) ou incorporés dans le sol. On tente généralement de simuler les conditions observées *in situ*. Les espèces expérimentales peuvent être celles naturellement présentes dans le sol (espèces indigènes) ou être introduites (p. ex., espèces gnotobiotiques) : micro-organismes, méso-invertébrés (p. ex., collemboles, acariens), macro-invertébrés (p. ex., vers de terre, coléoptères), champignons et plantes. Les paramètres qui sont ensuite mesurés à l'échelon de l'écosystème peuvent inclure :

1. la respiration microbienne;

2. le cycle des nutriments;

3. les changements dans la ou les populations microbiennes;

4. les changements dans la biomasse microbienne;

5. les changements dans la vitesse de décomposition de la litière et/ou de la matière organique du sol;

6. les changements dans la ou les populations de micro-invertébrés et de méso-invertébrés;

7. la survie, la croissance et la reproduction des micro-invertébrés et des macro-invertébrés;

8. la levée, la croissance et le rendement des plantes.

On peut aussi mesurer la vitesse à laquelle la fonction et la structure de l'écosystème reviennent à la normale après un stress, de même que la dégradation ou la lixiviation des contaminants (Linder et coll., 1992; EC, 2003a; Bombardier, 2004).

Comme il est indiqué plus haut, il est possible d'utiliser des échantillons de sol perturbé ou des carottes de sol intact, selon les objectifs de l'étude. Les carottes de sol intact reflètent mieux les conditions écologiques *in situ* que les échantillons de sol perturbé, mais les données tirées des essais sur des carottes peuvent varier davantage et, pour remédier à ce problème, il faut prélever un plus grand nombre de *réplicats* sur le terrain. Des méthodes d'essai en microcosme sur des carottes de sol intact (p. ex., modèle d'écosystème terrestre – MET) plus ou moins normalisées (p. ex., ASTM, 1993) ont été utilisées avec succès pour évaluer le devenir de produits de protection des récoltes et l'effet de ces produits sur la pédofaune (Linder et coll., 1992). Il existe des lignes directrices sur le prélèvement de carottes pour les MET, et on a démontré l'existence de bonnes corrélations entre les MET et le terrain pour ce qui est des effets de pesticides sur des paramètres structurels de biocénoses (Bombardier, 2004; Knacker et coll., 2004; Nikolakis et coll., 2007; Schaeffer et coll., 2008). On a validé des MET dans une étude interlaboratoire de quatre sites européens en comparant l'influence de leurs différents types de sols et groupes d'organismes, d'une part, et les résultats sur le terrain aux sites d'extraction des MET, d'autre part (Weyers et coll., 2004; Moser et coll., 2007). Cependant, même si des MET ont été utilisés pour évaluer des sols contaminés, en particulier aux Pays-Bas (Kools et coll., 2009), il s'agit pour le moment de méthodes applicables en conditions semi-naturelles, qui servent principalement à évaluer les pesticides répandus dans l'environnement. Comme tels, les MET se prêtent mieux à des plans d'échantillonnage où le contaminant préoccupant est ajouté au système d'essai une fois celui-ci établi.

Même s'il existe divers systèmes d'essai en microcosme, aucun plan d'expérience normalisé n'a été conçu pour les microcosmes. Toutefois, d'après les résultats d'un atelier récent de la Society of Environmental Toxicology and Chemistry portant sur l'*évaluation des risques environnementaux* des pesticides dans le sol (Coimbra, Portugal, octobre 2007), on a commencé à évaluer l'utilisation possible de MET dans une méthode d'essai normalisée de niveau supérieur (Schaeffer et coll., 2008). Malgré cela, il y a un manque flagrant de lignes directrices sur l'interprétation des résultats des essais en microcosme.

Tableau 2. Essais applicables à l'évaluation de la toxicité de lieux contaminés[*]

Type d'essai	Description	Durée	Paramètre biologique	Espèce expérimentale	Références
Essais toxicologiques monospécifiques : essais préalables					
Survie de vers de terre	Essai de toxicité létale : mesure de la toxicité aiguë du sol pour des vers de terre adultes	14 jours	Survie	*Eisenia andrei*, *E. fetida*, *Lumbricus terrestris*	ISO, 1993a; EC, 2004a[**] (*Eisenia* sp. seulement dans ISO, 1993a); méthodes également publiées dans des ouvrages scientifiques (p. ex., Greene et coll., 1989)
Comportement d'évitement de vers de terre	Essai de toxicité sublétale : mesure du comportement d'évitement de vers de terre exposés à un sol contaminé	48-72 h[a]	Comportement d'évitement	*E. andrei*, *E. fetida*, *L. terrestris*	EC, 2004a[**]; ISO, 2008a (*Eisenia* sp. seulement dans ISO 2008a)
Phytotoxicité (Phytotoxkit[MC])	Essai de toxicité létale/sublétale : mesure de la germination, de la levée des plantules, de la longueur des pousses et des racines	3 jours	Germination, longueur des pousses et des racines	*Sorghum saccharatum*, *Sinapis alba*, *Lepidium sativum*	Aucune méthode normalisée, mais trousses offertes sur le marché[b]
Levée de plantules	Essai de toxicité létale : mesure de la levée des plantules	5 jours	Levée des plantules	*Lactuca sativa* L.	ISO, 2005d
Allongement des racines de semis	Essai de toxicité létale/sublétale : mesure de la longueur des racines	5-7 jours[a]	Longueur des racines	Nombreuses espèces; voir ISO (1993b) pour plus de détails	ISO, 1993b; méthodes également publiées dans des ouvrages scientifiques [p. ex., Greene et coll., 1989 (*L. sativa* seulement)]
Survie d'insectes juvéniles (coléoptères herbivores)	Essai de toxicité létale : mesure de la toxicité aiguë du sol ou d'aliments pour des larves d'insecte	10 jours	Survie	*Oxythyrea funesta*	ISO, 2005e
Survie de nématodes[c]	Essai de toxicité létale : mesure de la toxicité aiguë du sol pour des nématodes au stade subadulte	24 h	Survie	*Caenorhabditis elegans*	ASTM, 2001

Type d'essai	Description	Durée	Paramètre biologique	Espèce expérimentale	Références
Essais toxicologiques monospécifiques : essais de toxicité chronique ou essais définitifs					
Reproduction de vers de terre	Essai de toxicité sublétale : mesure de la capacité de survie à long terme et de la reproduction de vers de terre adultes	56-63 jours	Survie des adultes, 28-35 jours Nombre de descendants Masse humide et masse sèche des descendants	*E. andrei*	EC, 2004a**
Reproduction de vers de terre	Essai de toxicité sublétale : mesure de la capacité de survie à long terme et de la reproduction de vers de terre adultes	56 jours	Survie des adultes, 28 jours Changement dans la biomasse des adultes Nombre de cocons	*E. andrei, E. fetida*	ISO, 1998
Levée de plantules et croissance de semis	Essai de toxicité sublétale : mesure de la levée des plantules et du début de croissance des semis	14-21 jours[a]	Levée des plantules Longueur des pousses et des racines Masse humide et masse sèche des pousses et des racines Phytotoxicité	Nombreuses espèces; voir EC (2005a) pour plus de détails	EC, 2005a**
Levée de plantules et croissance de semis	Essai de toxicité sublétale : mesure de la levée des plantules et du début de croissance des semis	14-21 jours[a] au moins	Levée des plantules Masse humide et masse sèche des semis	Nombreuses espèces; voir ISO (1995) pour plus de détails	ISO, 1995
Cycle biologique de plantes	Essai de toxicité sublétale : mesure de la croissance et du rendement de semis	35-64 jours[a]	Biomasse Longueur des pousses Nombre de gousses Nombre de fleurs	*Brassica rapa* L., *Avena sativa*	ISO, 2005f

Type d'essai	Description	Durée	Paramètre biologique	Espèce expérimentale	Références
Reproduction de collemboles[d]	Essai de toxicité sublétale : mesure de la survie à long terme et de la reproduction d'adultes	21-28 jours[a]	Survie des adultes Nombre de descendants	*Folsomia candida, Orthonychiurus folsomi, F. fimetaria*	EC, 2007a[**]
Reproduction de collemboles	Essai de toxicité sublétale : mesure de la survie à long terme et de la reproduction d'adultes	28 jours	Survie des adultes Nombre de descendants	*F. candida*	ISO, 1999
Reproduction d'enchytrées[e]	Essai de toxicité sublétale : mesure de la capacité de survie à long terme et de la reproduction d'enchytrées	28-42 jours[a]	Survie des adultes Nombre de descendants	*Enchytraeus albidus, E. crypticus*	ASTM, 2004; ISO, 2004a
Reproduction d'oribates[f]	Essai de toxicité sublétale : mesure de la capacité de survie à long terme et de la reproduction d'acariens du sol	28 jours	Survie des adultes, 28 jours Nombre de descendants	*Oppia nitens*	Aucune méthode normalisée; méthodes publiées dans des ouvrages scientifiques (p. ex., Wiles et Krogh, 1998; EC et SRC, 2007; Princz et coll., 2010)
Reproduction d'acariens prédateurs[g]	Essai de toxicité sublétale : mesure de la survie à long terme et de la reproduction d'acariens adultes du sol	16 jours	Survie des adultes Nombre de descendants	*Hypoaspis aculeifer*	OCDE, 2008
Survie et croissance d'escargots	Essai de toxicité sublétale : mesure de la survie à long terme et de la croissance d'escargots adultes	28 jours	Survie des adultes Masse humide du tissu d'adultes	*Helix aspersa*	ISO, 2006b
Essais microbiens (source : Rahn, 2008)					
Essais sur la biomasse microbienne du sol					
Essai de fumigation/ extraction	Utilisation de chloroforme pour extraire le carbone microbien du sol, puis mesure par analyse du carbone extrait; aucune distinction entre le carbone microbien vivant et inerte	≤72 heures	Carbone microbien total (biomasse)	Communauté indigène du sol	ISO, 1997a

Type d'essai	Description	Durée	Paramètre biologique	Espèce expérimentale	Références
Essais sur l'activité microbienne du sol					
Respiration microbienne/basale du sol	Mesure de la production basale de CO_2 d'un échantillon de sol en tant qu'indication de l'activité de micro-organismes vivants/actifs	3-5 jours	Production totale de CO_2	Communauté indigène du sol	ISO, 2002d
Respiration induite par le substrat	Mesure de la production de CO_2 après ajout de glucose (ou d'un autre substrat) au sol; mesure de l'activité de micro-organismes vivants/actifs	≥28 jours	Production totale de CO_2	Communauté indigène du sol	ISO, 1997b, 2002e
Nitrification/ dénitrification du sol	Mesure de la nitrification/dénitrification du sol par les micro-organismes en tant qu'indication de la fertilité du sol et de sa capacité de cyclage des nutriments	≥28 jours	Mesure des espèces d'azote (NO_3^-) extraites du sol	Populations indigènes nitrifiantes/ dénitrifiantes du sol	ISO, 1997c, 2004b
Bandes appâtées	Mesure de l'activité trophique des invertébrés et/ou des micro-organismes du sol, au moyen de fines bandes de plastique insérées dans le sol une fois leurs trous remplis d'un substrat de carbone standard; essai pouvant être réalisé en laboratoire ou sur le terrain	4-21 jours, selon les conditions climatiques	Nombre de trous vides par bande (ce nombre correspond à la quantité de substrat consommée)	Communauté indigène du sol et/ou invertébrés exogènes du sol ajoutés à l'enceinte expérimentale	Aucune méthode normalisée; méthodes applicables en laboratoire publiées dans des ouvrages scientifiques (p. ex., Beyaert et Fox, 2008)
Arthrobacter sp.	Essai de toxicité par contact avec le sol : mesure de l'activité de la déshydrogénase après 2 h d'exposition au substrat	6 h	Mesure fluorimétrique de la production de résorufine	*Arthrobacter globiformis*	ISO, 2008b
Diversité et structure de la communauté microbienne du sol					
Profil physiologique de la communauté	Sol dilué avec de l'eau et inoculé dans des microplaques renfermant différents types de sources de carbone; l'utilisation différentielle du carbone est une indication de la diversité de la communauté microbienne; organismes non cultivables non détectés	2 h à 5 jours	Coloration moyenne dans les cupules des microplaques (indication de l'utilisation du substrat)	Communauté indigène du sol	Aucune méthode normalisée, mais microplaques offertes sur le marché[h]

Type d'essai	Description	Durée	Paramètre biologique	Espèce expérimentale	Références
Électrophorèse en gel de gradient dénaturant	Extraction d'ADN d'échantillons de sol. L'ADN est amplifié par RCP[i] spécifique et analysé par électrophorèse sur gel de polyacrylamide. Il y a correspondance entre les caractéristiques de l'ADN dénaturé sur gel, d'une part, et la structure et la diversité de la communauté microbienne, d'autre part	2 h à 1-2 jours	Nombre, répartition et intensité des bandes d'ADN amplifié par RCP	Communauté indigène du sol	Aucune méthode normalisée; méthodes publiées dans des ouvrages scientifiques (p. ex., Topp et coll., 2008)
Enzymes du sol	Analyse de l'activité enzymatique du sol. L'activité enzymatique microbienne et extracellulaire régit de nombreuses fonctions du sol et influe sur sa fertilité. L'essai donne une indication de la fonction de la communauté microbienne. Enzymes habituellement ciblées : phosphatases, sulfatases, glycosidases, amidohydrolases et arylamidases	Varie selon le paramètre mesuré	Paramètres de colorimétrie et de fluorescence servant à mesurer l'activité enzymatique	Communauté indigène du sol	ISO, 2005g, 2005h

[*] Voir le tableau 4 dans Linder et coll. (1992) pour une évaluation de l'applicabilité d'essais précis à différents types d'habitats.

[**] Essai à privilégier. Il est recommandé d'utiliser les méthodes d'essai d'Environnement Canada (lorsqu'elles existent) plutôt que d'autres méthodes normalisées semblables pour évaluer les lieux contaminés au Canada.

[a] La durée de l'essai varie selon l'espèce expérimentale.

[b] On peut se les procurer à l'adresse suivante : MicroBio Tests Inc., Kleimoer 15, 9030 Mariakerke (Gent), Belgique (www.microbiotests.be).

[c] Les nématodes utilisés dans les méthodes d'essai de toxicité du sol sont des nématodes libres (non parasites).

[d] Les collemboles sont de petits arthropodes endogés.

[e] Les enchytrées sont de très petits vers blancs segmentés se nourrissant de la matière organique du sol.

[f] Les oribates sont des acariens du sol et de l'humus; ils se nourrissent de champignons, d'algues, de déchets organiques et de collemboles morts. Certains sont des prédateurs qui se nourrissent de nématodes et d'espèces microfauniques.

[g] Les acariens prédateurs se nourrissent d'autres espèces mésofauniques (p. ex., les collemboles) ou de larves d'insectes.

[h] On peut se les procurer auprès de fournisseurs commerciaux [p. ex., Biolog Inc., 21124 Cabot Blvd., Hayward, CA 94545, États-Unis (www.biolog.com)].

[i] Réaction en chaîne de la polymérase.

Le recours aux essais biologiques pour évaluer les lieux contaminés présente les avantages suivants : les méthodes d'essai sont normalisées; les résultats des essais sont reproductibles; l'utilisation et l'interprétation des données ne présentent aucune ambiguïté pour les évaluateurs ou les organismes de réglementation des lieux contaminés. Les essais en microcosme mis au point jusqu'à maintenant n'offrent pas ces avantages. On trouvera dans Linder (1992), Kuperman et coll. (2002), Spurgeon et coll. (2002), EC (2003a) et Römbke et coll. (2003) d'autres détails sur les microcosmes du sol, de même que des analyses des avantages et limites de diverses méthodes. Bombardier (2004) présente une analyse détaillée des microcosmes en général et des MET en particulier.

2.2 *Utilisation des données d'essais biologiques dans la gestion des lieux contaminés*

Comme il est indiqué plus haut, les essais biologiques (toxicologiques) étaient habituellement intégrés, auparavant, dans les évaluations des lieux contaminés exécutées aux niveaux supérieurs de l'évaluation du risque (p. ex., niveaux 2 et 3). Toutefois, on a commencé plus récemment à utiliser ces essais au niveau 1 (évaluation préalable). Peu importe le niveau, il est essentiel que les essais soient pertinents et que leurs données soient interprétées et appliquées adéquatement. Cela signifie que, pour chaque essai biologique, il faut :

- énoncer clairement les questions pour lesquelles on a besoin de réponses;
- savoir de quelles données on a besoin pour répondre à ces questions;
- bien comprendre comment les données (y compris leurs limites) recueillies permettront de répondre à ces questions;
- savoir à quelle étape de l'évaluation ou de la gestion d'un lieu contaminé les données seront utilisées et appliquées;
- prévoir la possibilité d'essais itératifs (p. ex., si les résultats d'un essai préalable de toxicité aiguë sont positifs, on procédera à des essais définitifs plus ciblés);
- établir le niveau de qualité acceptable de l'essai avant de procéder.

Les points qui précèdent doivent faire l'objet de discussions le plus tôt possible dans la planification d'une évaluation, et ce, non seulement avec l'évaluateur du lieu contaminé, mais aussi avec le gestionnaire de ce lieu, l'organisme de réglementation (il peut y en avoir plus d'un), des écologistes, des statisticiens, des écotoxicologistes et le ou les laboratoires d'essais écotoxicologiques participant au projet d'évaluation du lieu contaminé.

Le tableau 3 présente des exemples d'utilisation de données d'essais biologiques propres à un site, à différentes étapes de l'évaluation d'un lieu contaminé. Ces exemples choisis supposent une évaluation progressive, et l'utilisation des données peut varier en fonction des objectifs précis de l'évaluation du lieu et des conditions *in situ*. Le CCME a publié un document d'orientation sur l'évaluation des lieux contaminés (CCME, 1996b). Les études de cas présentés à l'annexe A illustrent l'emploi d'essais biologiques dans l'évaluation des lieux contaminés.

Le recours au même type d'essais (p. ex., reproduction d'invertébrés) avec plus d'un type d'espèces (p. ex., vers de terre et collemboles) dans une batterie d'essais connexes à l'évaluation d'un lieu contaminé a pour avantage de permettre d'évaluer diverses voies d'exposition (p. ex., eau de porosité du sol, air du sol) à des contaminants et de mesurer la sensibilité d'organismes endogés de diverses *guildes* trophiques et de différents groupes taxinomiques. Les propriétés physiques et chimiques des contaminants et du milieu naturel influent fortement sur la biodisponibilité des contaminants pour la pédofaune. L'évaluation de la réaction des organismes exposés par contact avec le sol fournit donc une estimation plus complète du risque pour tous les organismes endogés d'un site. En incluant des organismes de différents niveaux trophiques dans une batterie d'essai, on peut recueillir plus d'information sur l'effet possible d'un ou de plusieurs contaminants sur le réseau trophique d'un site. Le tableau 4 présente les voies d'exposition possibles et les niveaux trophiques des organismes expérimentaux courants exposés à des contaminants par contact avec le sol.

Tableau 3. Exemples d'utilisation des données d'essais biologiques dans la gestion des lieux contaminés

Type d'essai	Question	Utilisation des données
Essais préalables		
Survie d'invertébrés (toxicité aiguë)	Le sol est-il très toxique (les adultes ne peuvent pas survivre à de courtes périodes d'exposition)?	Déterminer préalablement si des portions d'un lieu contaminé sont très toxiques, avant ou après la caractérisation chimique (niveaux 1 et 2) Niveau 1 : peut permettre de cibler l'échantillonnage chimique Niveau 2 : peut permettre de repérer les portions très toxiques qui devront sans doute être assainies Niveau 2 : peut permettre de cibler les efforts sur des portions moins toxiques convenant à des essais de toxicité sublétale et à une évaluation du risque de niveau 3
Levée de plantes	Le sol est-il très toxique (les graines ne peuvent pas germer ou les plantules ne peuvent pas lever)?	Déterminer préalablement si des portions d'un lieu contaminé sont très toxiques, avant ou après la caractérisation chimique (niveaux 1 et 2) Niveau 1 : peut permettre de cibler l'échantillonnage chimique Niveau 2 : peut permettre de repérer les portions très toxiques qui devront sans doute être assainies Niveau 2 : peut permettre de cibler les efforts sur des portions moins toxiques convenant à des essais de toxicité sublétale et à une évaluation du risque de niveau 3
Phytotoxicité (Phytotoxkit^{MC})	Le sol est-il très toxique (les graines ne peuvent pas germer ou, si elles peuvent germer, la croissance s'arrête après une courte période d'exposition)?	Déterminer préalablement si des portions d'un lieu contaminé sont très toxiques, avant ou après la caractérisation chimique (niveaux 1 et 2) Niveau 1 : peut permettre de cibler l'échantillonnage chimique Niveau 2 : peut permettre de repérer les portions très toxiques qui devront sans doute être assainies Niveau 2 : peut permettre de cibler les efforts sur des portions moins toxiques convenant à des essais de toxicité sublétale et à une évaluation du risque de niveau 3
Allongement des racines à court terme	Le sol est-il très toxique (les graines peuvent germer, mais la croissance s'arrête après une courte période d'exposition)?	Déterminer préalablement si des portions d'un lieu contaminé sont très toxiques, avant ou après la caractérisation chimique (niveaux 1 et 2) Niveau 1 : peut permettre de cibler l'échantillonnage chimique Niveau 2 : peut permettre de repérer les portions très toxiques qui devront sans doute être assainies Niveau 2 : peut permettre de cibler les efforts sur des portions moins toxiques convenant à des essais de toxicité sublétale et à une évaluation du risque de niveau 3

Type d'essai	Question	Utilisation des données
Essais de toxicité chronique ou essais définitifs		
Comportement d'évitement de vers de terre	Le sol est-il trop toxique pour assurer la survie de populations d'invertébrés? [L'évitement suppose une plus grande sensibilité aux contaminants que la survie, et les effets sont souvent semblables à ceux observés dans des essais sur la reproduction (ESG, 2000; Hund-Rinke et Wiechering, 2001; Hund-Rinke et coll., 2003; Garcia et coll., 2008)]	Déterminer préalablement si des portions d'un lieu contaminé sont susceptibles de présenter une toxicité sublétale, avant ou après la caractérisation chimique (niveaux 1 et 2) Niveau 1 : peut permettre de cibler l'échantillonnage chimique Niveau 2 : peut permettre de cibler les efforts sur des portions moins toxiques convenant à des essais de toxicité sublétale et à une évaluation du risque de niveau 3
Reproduction d'invertébrés	Le sol est-il trop toxique pour assurer la survie de populations d'invertébrés?	Évaluer la possibilité qu'un sol contaminé inhibe la survie à long terme et la reproduction d'invertébrés (niveaux 2 et 3) Niveaux 2 et 3 : peut permettre de repérer un sol de site (concentrations de contaminants) inhibant la survie à long terme et la reproduction d'invertébrés Niveaux 2 et 3 : peut permettre de déterminer les caractéristiques pédologiques qui influent sur la biodisponibilité d'un contaminant Niveaux 2 et 3 : peut servir à établir indirectement (en partie) une norme et/ou des objectifs d'assainissement propres à un site Niveaux 2 et 3 : peut permettre de mesurer l'efficacité des techniques de biorestauration et/ou d'assainissement Gestion du risque : peut servir à la surveillance à long terme d'un lieu assaini
Levée de plantules et début de croissance de semis	Le sol est-il trop toxique pour permettre aux plantes de s'établir et de croître?	Évaluer la possibilité qu'un sol contaminé inhibe la levée et la croissance à long terme d'espèces végétales (niveaux 2 et 3) Niveaux 2 et 3 : peut permettre de repérer un sol de site (concentrations de contaminants) inhibant la levée et la croissance d'espèces végétales Niveaux 2 et 3 : peut permettre de déterminer les caractéristiques pédologiques qui influent sur la biodisponibilité d'un contaminant Niveaux 2 et 3 : peut servir à établir indirectement (en partie) une norme et/ou des objectifs d'assainissement propres à un site Niveaux 2 et 3 : peut permettre de mesurer l'efficacité des techniques de biorestauration et/ou d'assainissement Gestion du risque : peut servir à la surveillance à long terme d'un lieu assaini

Type d'essai	Question	Utilisation des données
Cycle biologique de plantes	Le sol est-il trop toxique pour assurer le maintien de populations végétales durables? La contamination du sol a-t-elle un effet indésirable sur le rendement de culture?	Évaluer la possibilité qu'un sol contaminé inhibe la levée, la croissance à long terme et la reproduction de plantes (niveau 3) Niveau 3 : peut permettre de repérer un sol de site (concentrations de contaminants) inhibant la levée, la croissance et la reproduction de plantes Niveau 3 : peut permettre de repérer un sol de site (concentrations de contaminants) inhibant le rendement de culture Niveau 3 : peut permettre de déterminer les caractéristiques pédologiques qui influent sur la biodisponibilité d'un contaminant Niveau 3 : peut servir à établir indirectement (en partie) une norme et/ou des objectifs d'assainissement propres à un site Niveau 3 : peut permettre de mesurer l'efficacité des techniques de biorestauration et/ou d'assainissement Gestion du risque : peut servir à la surveillance à long terme d'un lieu assaini
Bioaccumulation chez des plantes ou des invertébrés [d'autres animaux (p. ex., taupes, renards) peuvent servir à estimer la bioaccumulation chez les espèces fauniques]	Y a-t-il bioaccumulation du ou des contaminants chez des plantes ou des invertébrés, ce qui constituerait un risque pour les organismes qui s'en nourrissent?	Évaluer la possibilité qu'il y ait bioaccumulation de contaminants du sol dans les tissus de plantes ou d'invertébrés (niveau 3) Niveau 3 : peut permettre de repérer un sol de site (concentrations de contaminants) donnant lieu à la bioaccumulation de concentrations élevées de contaminants dans le tissu de plantes et d'invertébrés (c.-à-d. un facteur de bioaccumulation propre à un site) Niveau 3 : peut permettre de déterminer les caractéristiques pédologiques qui influent sur la biodisponibilité d'un contaminant Niveau 3 : peut servir à estimer, pour un lieu donné, la relation entre la teneur en contaminant du sol, a toxicité et les concentrations de contaminant dans des tissus/organismes entiers Niveau 3 : peut servir à établir indirectement (en partie) une norme et/ou des objectifs d'assainissement propres à un site Niveau 3 : peut servir à affiner l'estimation de l'exposition par voie orale de récepteurs écologiques se nourrissant de plantes et d'invertébrés présents sur le site
Essais microbiens		
Respiration du sol	La contamination a-t-elle un effet indésirable sur la fonction du sol en général?	Évaluer la possibilité qu'un sol contaminé inhibe l'activité microbienne normale (niveaux 2 et 3) Niveaux 2 et 3 : peut permettre de repérer un sol de site (concentrations de contaminants) inhibant l'activité microbienne en général Niveaux 2 et 3 : peut permettre de déterminer les caractéristiques pédologiques qui influent sur la toxicité des contaminants en regard de la fonction microbienne Niveaux 2 et 3 : peut servir à établir indirectement (en partie) une norme et/ou des objectifs d'assainissement propres à un site Niveaux 2 et 3 : peut permettre de mesurer l'efficacité des techniques de biorestauration et/ou d'assainissement Gestion du risque : peut servir à la surveillance à long terme d'un lieu assaini

Type d'essai	Question	Utilisation des données
Minéralisation des nutriments par les micro-organismes du sol	La contamination a-t-elle un effet indésirable sur le cyclage des nutriments, qui est une fonction du sol?	Évaluer la possibilité qu'un sol contaminé inhibe les activités normales de cyclage des nutriments par la communauté microbienne (p. ex., minéralisation de l'azote et du carbone) (niveaux 2 et 3) Niveaux 2 et 3 : peut permettre de repérer un sol de site (concentrations de contaminants) inhibant le cyclage des nutriments Niveaux 2 et 3 : peut permettre de déterminer les caractéristiques pédologiques qui influent sur la toxicité des contaminants en regard de la fonction microbienne Niveaux 2 et 3 : peut servir à établir indirectement (en partie) une norme et/ou des objectifs d'assainissement propres à un site Niveaux 2 et 3 : peut permettre de mesurer l'efficacité des techniques de biorestauration et/ou d'assainissement Gestion du risque : peut servir à la surveillance à long terme d'un lieu assaini
Bandes appâtées	La contamination a-t-elle un effet indésirable sur l'abondance et l'activité des espèces microfauniques, mésofauniques et macrofauniques du sol?	Évaluer la possibilité qu'un sol contaminé inhibe l'activité trophique (consommation de matière organique) normale de la faune du sol (niveaux 2 et 3) Niveaux 2 et 3 : peut permettre de repérer un sol de site (concentrations de contaminants) inhibant l'activité trophique de la faune du sol Niveaux 2 et 3 : peut permettre de déterminer les caractéristiques pédologiques qui influent sur la toxicité des contaminants en regard du comportement trophique des espèces microfauniques, mésofauniques et macrofauniques Niveaux 2 et 3 : peut servir à établir indirectement (en partie) une norme et/ou des objectifs d'assainissement propres à un site Niveaux 2 et 3 : peut permettre de mesurer l'efficacité des techniques de biorestauration et/ou d'assainissement Gestion du risque : peut servir à la surveillance à long terme d'un lieu assaini
Électrophorèse en gel de gradient dénaturant appliquée à la communauté microbienne du sol	La contamination a-t-elle un effet indésirable sur la diversité et la structure du sol et, par conséquent, sur la communauté ou la résilience des micro-organismes du sol?	Détecter l'effet de la contamination du sol sur la diversité de la communauté microbienne du sol (niveaux 2 et 3) Niveaux 2 et 3 : peut permettre de repérer un sol de site (concentrations de contaminants) réduisant la diversité microbienne du sol Niveaux 2 et 3 : peut permettre de déterminer les caractéristiques pédologiques qui influent sur l'effet des contaminants sur la diversité des micro-organismes du sol Niveaux 2 et 3 : peut servir à établir indirectement (en partie) une norme et/ou des objectifs d'assainissement propres à un site Niveaux 2 et 3 : peut permettre de mesurer l'efficacité des techniques de biorestauration et/ou d'assainissement Gestion du risque : peut servir à la surveillance à long terme d'un lieu assaini

Type d'essai	Question	Utilisation des données
Profil physiologique de la communauté microbienne du sol	La contamination a-t-elle un effet indésirable sur la biodiversité microbienne et, par conséquent, sur la communauté ou la résilience des micro-organismes du sol?	Détecter l'effet de la contamination du sol sur la diversité de la communauté microbienne du sol (niveaux 2 et 3) Niveaux 2 et 3 : peut permettre de repérer un sol de site (concentrations de contaminants) réduisant la diversité microbienne du sol Niveaux 2 et 3 : peut permettre de déterminer les caractéristiques pédologiques qui influent sur l'effet des contaminants sur la diversité des micro-organismes du sol Niveaux 2 et 3 : peut servir à établir indirectement (en partie) une norme et/ou des objectifs d'assainissement propres à un site Niveaux 2 et 3 : peut permettre de mesurer l'efficacité des techniques de biorestauration et/ou d'assainissement Gestion du risque : peut servir à la surveillance à long terme d'un lieu assaini
Enzymes du sol	La contamination a-t-elle un effet indésirable sur les fonctions du sol?	Détecter l'effet de la contamination du sol sur les fonctions du sol (niveaux 2 et 3) Niveaux 2 et 3 : peut permettre de repérer un sol de site (concentrations de contaminants) altérant les fonctions du sol Niveaux 2 et 3 : peut permettre de déterminer les caractéristiques pédologiques qui influent sur les fonctions du sol Niveaux 2 et 3 : peut servir à établir indirectement (en partie) une norme et/ou des objectifs d'assainissement propres à un site Niveaux 2 et 3 : peut permettre de mesurer l'efficacité des techniques de biorestauration et/ou d'assainissement Gestion du risque : peut servir à la surveillance à long terme d'un lieu assaini

Tableau 4. Voies d'exposition génériques de différents types d'espèces d'organismes utilisés couramment dans les essais biologiques

Organismes	Niveau trophique et source alimentaire	Voie d'exposition
Micro-organismes	Producteurs Tirent habituellement leur énergie de la lumière du Soleil (p. ex., algues)	Diffusion ou assimilation à partir du sol en vrac, de l'eau de porosité, du sol, de l'air
	Consommateurs Se nourrissent de la matière inorganique et organique du sol	Diffusion ou assimilation à partir du sol en vrac, de l'eau de porosité, de l'air du sol, des aliments
Plantes	Producteurs Tirent leur énergie de la lumière du Soleil	Diffusion à partir du sol en vrac Assimilation à partir de l'eau de porosité, de l'air du sol
Invertébrés à corps mou		
Nématodes	Consommateurs (détritivores, herbivores, carnivores) Se nourrissent de bactéries, de protozoaires, de champignons, de racines et/ou d'exsudats de plantes, d'autres nématodes	Ingestion d'aliments, d'eau de porosité Inhalation de l'air du sol
Enchytrées	Consommateurs (détritivores) Se nourrissent de matière organique, de litière, de champignons, de micro-organismes	Ingestion d'aliments, d'eau de porosité Inhalation de l'air du sol Contact cutané avec le sol en vrac, l'eau de porosité
Escargots	Consommateurs (détritivores et herbivores) Se nourrissent de champignons, de matière organique, de plantes vivantes	Ingestion d'aliments, d'eau de porosité
Vers de terre	Consommateurs (détritivores) Se nourrissent de litière, de matière organique, de champignons, de micro-organismes	Ingestion de sol en vrac, d'aliments, d'eau de porosité Inhalation de l'air du sol Contact cutané avec le sol en vrac, l'eau de porosité
Invertébrés à corps dur		
Collemboles	Consommateurs (détritivores) Se nourrissent de champignons, de matière organique, de nématodes, de bactéries	Ingestion d'eau de porosité, d'aliments Inhalation de l'air du sol
Acariens	Consommateurs (détritivores, carnivores) Se nourrissent de champignons, de matière organique, de collemboles, de nématodes, d'autres espèces mésofauniques et microfauniques	Ingestion d'eau de porosité, d'aliments Inhalation de l'air du sol

Section 3

Modes opératoires universels d'échantillonnage, de manipulation et de préparation de sol aux fins d'essais biologiques

3.1 Aperçu

La présente section renferme des conseils sur l'échantillonnage, le transport, l'entreposage, la manipulation et la préparation de sol aux fins d'essais biologiques. Elle inclut une description des étapes de l'élaboration d'un plan d'étude, de même que de l'information utile sur : l'exécution d'un levé du site; le choix d'une *stratégie d'échantillonnage*; les modes opératoires recommandés pour le prélèvement de sol; les *échantillonneurs*; les éléments à prendre en considération dans le transport des échantillons; les procédures d'entreposage recommandées; les techniques de préparation du sol. Les lecteurs qui ont besoin d'indications sur les procédures précises d'échantillonnage, de manipulation, de transport, d'entreposage et de préparation de sol contaminé par des composés volatils ou instables sont priés de se référer à la section 4. Les lecteurs dont l'étude comporte des objectifs exigeant que les échantillons de sol fassent l'objet d'un conditionnement (lorsque les méthodes de préparation présentées ici ne suffisent pas) et ceux qui ont besoin de conseils sur les sols difficiles à préparer devraient se référer à la section 5. Les lecteurs à la recherche d'indications sur les procédures précises d'échantillonnage, de manipulation, de transport, d'entreposage et de préparation de sol provenant des écozones de la forêt boréale, de la taïga et de la toundra, en particulier, sont priés de se référer à la section 6.

On suppose que les utilisateurs du présent guide prélèvent et manipulent des échantillons de sol aux fins des essais biologiques à exécuter dans le cadre de l'évaluation de niveau supérieur d'un lieu contaminé ou du risque et que, par conséquent, la contamination chimique ainsi que les propriétés physiques et chimiques du lieu en question ont déjà été caractérisées adéquatement. À moins d'indication contraire, on suppose aussi que la nature générale, les concentrations, la distribution et le degré de variation des contaminants sont raisonnablement bien définis, de même que les caractéristiques physiques et chimiques du sol. La présente section peut s'appliquer aux situations où les analyses chimiques sont limitées en raison de la complexité de la contamination *in situ* ou de la nature inhabituelle des contaminants (p. ex., mélanges de polymères, déversements de substances chimiques spéciales), mais elle n'est pas censée s'appliquer à l'échantillonnage du sol à des fins d'analyse chimique, même si les recommandations et les modes opératoires peuvent se ressembler.

3.2 Objectifs de l'étude

La définition des objectifs et des buts constitue la première et la plus importante étape de l'établissement d'un plan d'étude intégrant des essais biologiques dans l'évaluation et la gestion d'un lieu contaminé. Pour définir ces objectifs, il faut établir au départ :

- les questions pour lesquelles on a besoin de réponses;
- les données à recueillir pour répondre à ces questions.

Les objectifs de l'étude devraient être définis et convenus par tous les intervenants, y compris les organismes de réglementation, les évaluateurs du lieu contaminé et le proposant, dès les premières étapes de l'évaluation.

Une fois établies les questions exigeant des réponses et les données à recueillir pour répondre à ces questions, le chercheur sera mieux en mesure :

- de choisir les essais qui permettront de satisfaire aux objectifs de l'étude;
- de choisir les espèces expérimentales qui permettront de satisfaire aux objectifs de l'étude;
- d'établir la stratégie d'échantillonnage qui optimisera l'utilité et l'interprétation des données ainsi que les connaissances du site;
- de planifier les méthodes (y compris les procédures d'AQ/CQ) appropriées d'échantillonnage, de manipulation, de transport, d'entreposage et de préparation des échantillons;
- de savoir quelles données documentaires existent déjà et qu'il n'aura pas à recueillir de nouveau;

- de cerner les renseignements supplémentaires (données manquantes) à recueillir afin de faciliter l'interprétation des résultats des essais;
- de déterminer l'approche la plus économique à employer pour maximiser la qualité et l'utilité des données (Greene et coll., 1989; ISO, 2002c).

La définition des paramètres d'évaluation et de mesure facilite l'établissement des objectifs de l'étude. Les paramètres d'évaluation sont d'importantes qualités ou valeurs écologiques à protéger, comme la fertilité du sol (EC, 2003a). Les paramètres de mesure servent à évaluer les incidences d'un sol contaminé sur les paramètres d'évaluation établis (EC, 2003a). Un même paramètre d'évaluation peut comporter de nombreux paramètres de mesure. Par exemple, dans le cas de la fertilité du sol, les paramètres de mesure pourraient inclure le cycle de l'azote et du carbone, l'activité trophique des invertébrés, de même que la croissance et le rendement des plantes (EC, 2003a; Jensen et coll., 2006b; Mesman et coll., 2006). Les paramètres d'évaluation et de mesure individuels peuvent constituer les objectifs de l'étude.

Exemples d'autres objectifs d'étude :

- établir la DSE du site;
- identifier les récepteurs écologiques les plus à risque;
- calculer les concentrations seuil avec effet ou les objectifs d'assainissement du lieu;
- produire d'autres données sur la toxicité ou la biodisponibilité dont les évaluateurs du risque ont besoin;
- caractériser la toxicité du site afin de mettre au point les mesures d'assainissement;
- évaluer l'efficacité des techniques d'assainissement;
- fournir des données de surveillance à long terme.

3.3 Plan d'étude

Une fois établis les objectifs de l'étude, il faut concevoir le plan d'étude. Un tel plan précise les méthodes et stratégies d'échantillonnage, de même que la marche à suivre pour satisfaire à tous les *objectifs de qualité des données* (EC, 1994). Il doit être soigneusement conçu, et toutes les personnes qui participeront au projet devraient être impliquées le plus tôt possible dans le processus de conception. Ces personnes incluent généralement le gestionnaire du projet ou du site, un statisticien, un scientifique en science du sol, un biologiste de terrain, un évaluateur du risque, un ou des écotoxicologistes qui procéderont aux essais biologiques et toute autre personne ayant les connaissances spécialisées voulues (Athey et coll., 1987). De plus, dès l'étape de la conception du plan d'étude, il faudrait discuter du choix des essais biologiques, des paramètres et des espèces expérimentales avec tous les intervenants, y compris les organismes de réglementation, les évaluateurs du lieu contaminé et le proposant, et obtenir leur approbation.

Tout plan d'étude devrait comporter les éléments suivants :

- objectifs de qualité des données;
- délimitation de la zone d'étude;
- collecte de données documentaires;
- levé du site;
- choix des lieux d'échantillonnage :
  - stratégie d'échantillonnage;
  - désignation des lieux d'échantillonnage;
- taille des échantillons (volume, masse);
- nombre d'échantillons;
- protocoles d'AQ/CQ;
- *plan d'échantillonnage* :
  - liste de contrôle du plan d'échantillonnage;
  - mesures et observations *in situ*;
  - liste de contrôle des notes de terrain;
  - procédures d'échantillonnage;
  - échantillonneurs;
  - préparation et/ou entreposage des échantillons *in situ*;
  - transport des échantillons et documentation connexe :
  - plans de rechange;
  - procédures d'AQ/CQ des échantillons;
  - consignes relatives à l'environnement, à la santé et à la sécurité;
- réception des échantillons (au laboratoire);
- entreposage des échantillons;
- préparation des échantillons;
- conditionnement des échantillons;
- conception de l'essai biologique (il peut y en avoir plus d'un);
- utilisation des données d'essai biologique;
- stockage et élimination des échantillons.

Le tableau 5 renferme une liste de contrôle sous forme de questions auxquelles il faut répondre pendant la planification des essais biologiques sur des sols provenant de lieux contaminés. Des conseils ou descriptions détaillés en lien avec cette liste sont fournies dans les sous-sections 3.2 à 3.11.

3.3.1 Définition des objectifs de qualité des données

Les objectifs de qualité des données (OQD) constituent l'ensemble des critères à prendre en considération dans la conception d'une étude. Ce sont des énoncés qui définissent le niveau de confiance nécessaire pour tirer des conclusions à partir de l'ensemble des données d'étude et qui déterminent le degré de variation totale admis pour ce qui est des données (CCME, 1993a; 1996b). La variation des données peut refléter une incertitude ou une erreur, ou encore être inhérente à un système, auquel cas elle est connue. On peut aussi dire des OQD qu'ils indiquent le degré d'incertitude globale qu'un décideur est prêt à accepter en regard de résultats tirés de données environnementales (USEPA, 1986). Les OQD peuvent être qualitatifs (p. ex., mesures à prendre si un échantillon ne peut être prélevé exactement à l'endroit prévu) ou quantitatifs (p. ex., écart type souhaité pour la toxicité moyenne d'un ou de plus d'un échantillon). Les OQD ont une incidence sur l'ampleur et le coût de l'étude, étant donné qu'ils stipulent l'emplacement du *lieu d'échantillonnage*, le nombre et la taille des échantillons ainsi que l'ampleur des essais biologiques (CCME, 1993a). Il faut parfois faire un compromis entre les OQD souhaités et le coût de l'échantillonnage et des essais.

Le CCME (1993a) décrit en termes généraux les étapes suivantes de l'établissement des OQD :

- énoncer le problème à résoudre;
- déterminer la décision à prendre;
- déterminer les facteurs à considérer pour la décision;
- limiter le champ de l'étude;
- établir une règle de décision;
- déterminer les contraintes liées à l'incertitude;
- optimaliser la conception pour l'obtention des données.

Les éléments qui suivent devraient faire partie dudit processus :

- calendrier;
- budget;
- accès au lieu contaminé;
- climat;
- météo;
- activités *in situ* (anthropiques et écologiques);
- accès à des données documentaires;
- détermination de la décision à prendre;
- détermination des facteurs à considérer pour la décision;
- degré d'incertitude acceptable pour le décideur;
- degré de variation des données acceptable pour le décideur;
- règles de décision (p. ex., plans de rechange si un échantillon ne peut être prélevé à l'endroit prévu à cause de la présence de roches ou d'arbres);
- exigences réglementaires concernant les données;
- difficultés prévues (p. ex., marche à suivre pour échantillonner un sol contaminé par des contaminants volatils ou un sol très mince).

3.3.2 Délimitation de la zone d'étude

La zone d'étude englobe le site d'étude, de même que le paysage adjacent susceptible d'influer sur les conditions de ce dernier. Le site d'étude désigne l'emplacement restreint faisant l'objet d'une évaluation ou d'une surveillance et dans lequel les échantillons sont prélevés. Les limites de la zone d'étude et du site d'étude devraient être définies clairement et documentées sur des cartes ou par un autre moyen [p. ex., coordonnées du système mondial de localisation (GPS)].

3.3.3 Collecte de données documentaires

En effectuant par ordinateur une recherche de données documentaires relatives au site, on peut trouver beaucoup d'information pertinente en lien avec les objectifs de l'étude, le plan d'étude et le plan d'échantillonnage. Si l'étude est menée dans le cadre d'une évaluation du risque ou du lieu contaminé à un niveau supérieur, beaucoup de données devraient déjà avoir été recueillies au sujet du lieu visé. Comme ces données auraient été recueillies pendant les études initiales connexes aux étapes préalables de l'étude, elles devraient également inclure des données propres au site.

La liste qui suit (Association canadienne de normalisation, 2001) fournit des exemples de données documentaires à recueillir si la recherche par ordinateur est infructueuse :

- emplacement;
- accès;
- infrastructures sur le site ou à proximité de celui-ci (p. ex., canalisations, égouts, réservoirs de stockage souterrains, câbles enfouis, conduites de gaz ou d'eau);
- utilisation antérieure et actuelle du site (p. ex., enfouissement, stockage de substances chimiques);
- risques possibles pour la santé et la sécurité (p. ex., câbles enfouis, conduites de gaz);
- emplacement de la source de contaminants par rapport au site;
- conditions climatiques de la zone d'étude;
- écorégion dans laquelle se trouve la zone d'étude (v. 3.3.3.1);

Tableau 5. Liste de contrôle du plan d'étude

- Quels sont les objectifs de l'étude?

- Quels sont les OQD de l'étude?
- Quelle sera la solution de rechange si les OQD ne sont pas atteints? Nouvel échantillonnage ou révision des OQD?

- En quoi consiste le site d'étude?
- Où est-il situé?
- Quelles sont ses limites?
- De quelle compétence réglementaire relève-t-il?

- A-t-on pris des dispositions pour l'échantillonnage du site?
- Si le site ne peut être échantillonné, des plans de rechange sont-ils prévus?

- Quels sont les essais biologiques prescrits?
- Quelles sont les espèces expérimentales à utiliser?
- Combien d'espèces ou d'essais a-t-on prescrits?
- Combien de types d'essais a-t-on prescrits?
- Quelles sont les méthodes d'essai biologique prescrites? Quels sont les protocoles d'AQ/CQ exigés?
- Quel est le nombre maximal d'échantillons pouvant être soumis à un essai toxicologique?
- Le plan d'échantillonnage doit-il être modifié pour tenir compte de la capacité du laboratoire chargé des essais toxicologiques?

- À quelles analyses chimiques les échantillons de sol destinés aux essais biologiques devront-ils être soumis?
- Quand ces analyses doivent-elles être effectuées (p. ex., après l'échantillonnage, après la préparation du sol aux fins des essais)?

- Les contaminants sont-ils tous listés ou connus? Doivent-ils tous être connus?
- La caractérisation chimique du site est-elle suffisante et permet-elle de concevoir le plan d'échantillonnage aux fins des essais biologiques (y compris le choix du ou des sols de référence)? Par exemple, connaît-on la distribution et la variation de la contamination du sol?
- Sinon, un nouvel échantillonnage sera-t-il nécessaire?

- Est-il possible d'obtenir un ou des sols de référence convenables?
- Sinon, quelle est la solution de rechange?

- De quel équipement a-t-on besoin?
- Faut-il prévoir un équipement spécial ou des procédures particulières d'échantillonnage ou d'essai (p. ex , si le sol renferme des contaminants volatils)?

- Les personnes chargées de l'échantillonnage ont-elles de l'expérience dans les procédures à appliquer?
- Sinon, quelle formation recevront-elles ou comment recrutera-t-on du personnel expérimenté?

- Le lieu contaminé soulève-t-il des préoccupations particulières en matière de santé et de sécurité?
- Qu'est-ce qui est prévu pour éviter de contaminer l'environnement pendant l'échantillonnage (p. ex., décontamination de l'équipement)?
- L'étude soulève-t-elle des préoccupations particulières en matière de santé et de sécurité pour le personnel de laboratoire?

- Les échantillons seront-ils prélevés par horizon ou à une profondeur donnée?
- Quelle est la profondeur maximale de l'échantillonnage?

- Quel sera le type d'échantillonnage utilisé (p. ex., aléatoire, systématique ou au jugé, ou une combinaison de deux types)?
- Le type d'échantillonnage permettra-t-il de satisfaire aux OQD?

- À quel type d'analyse des données procédera-t-on (p. ex., *géostatistique*, test d'hypothèse, régression)?
- Les analyses des données permettront-elles de satisfaire aux OQD?
- Le type d'échantillonnage est-il compatible avec la méthode d'analyse des données?

- Combien y a-t-il de sites inclus dans l'étude?
- Combien y a-t-il de lieux d'échantillonnage?
- Combien d'échantillons faut-il prélever (par site et par lieu d'échantillonnage)?
- Les échantillons seront-ils des échantillons de sol intact ou perturbé?
- Les échantillons de sol perturbé seront-ils regroupés en échantillons composites?
- Combien de temps faudra-t-il pour prélever tous les échantillons?
- Quels sont les plans de rechange si les échantillons ne peuvent être prélevés selon l'échéancier prévu?
- Les sites ou les lieux doivent-ils être échantillonnés dans un certain ordre? Cet ordre sera-t-il aléatoire?
- Combien d'essais a-t-on prescrits?
- De quel volume de sol a-t-on besoin par échantillon?
- Combien d'échantillons de sol de référence faut-il prélever?
- De quel volume de sol de référence a-t-on besoin pour tous les essais et analyses?
- Quels sont les types et le nombre d'échantillons d'AQ/CQ requis pour satisfaire aux OQD (p. ex., réplicats)?
- Des échantillons supplémentaires seront-ils prélevés?

- Quelles sont les mesures qui seront effectuées sur le terrain (p. ex., essais de toxicité *in situ*, relevés de la végétation)?

- Comment le sol sera-t-il manipulé sur place (p. ex., tamisage, séchage, homogénéisation)?
- Comment le sol sera-t-il transporté?

- Comment le sol sera-t-il entreposé et manipulé au laboratoire?
- Quel est le temps de garde du sol (p. ex., les essais devraient-ils être effectués immédiatement)?
- Y a-t-il des restrictions entourant la préparation du sol (p. ex., aucun séchage à l'air, aucun *tamisage*)?
- Quelle est la solution de rechange si les restrictions entourant la préparation du sol ne peuvent être respectées au moment de l'essai?
- Le sol a-t-il besoin d'être conditionné?
- Quelle est la solution de rechange si le conditionnement du sol n'est pas fructueux?

- Le laboratoire d'essais dispose-t-il d'un sol témoin adéquat pour évaluer la validité de l'essai toxicologique? (Sinon, le prélèvement d'un sol témoin pourrait faire partie du programme d'échantillonnage.)

- Les échantillons de sol doivent-ils être entreposés pour une autre phase de l'essai?
- Les matières biologiques (p. ex., tissu de plantes ou d'invertébrés) utilisées dans les essais devraient-elles être entreposées en vue d'analyses ultérieures?
- Comment les échantillons seront-ils éliminés?

Source : CCME, 1993a.

- classification écologique des terres où se trouve le site, y compris les espèces dominantes de la couverture (v. 3.3.3.1);
- relief et géologie superficielle du site d'étude;
- caractéristiques hydrologiques du site (p. ex., présence d'eau de surface, drainage du sol);
- classification du sol du site d'étude (v. 3.3.3.2 et 3.6.1), y compris la chimie du sol;
- contamination et caractéristiques physiques et chimiques du sol.

En plus de la collecte d'information concernant le site, il faut recueillir des données documentaires en vue des activités d'échantillonnage et d'essai. Voici quelques exemples :

- déterminer à qui appartient le site (p. ex., titres fonciers, levé légal);
- déterminer à qui il faut demander un permis d'accès au lieu et obtenir ce permis;
- répertorier les installations ou services à la disposition de l'équipe d'échantillonnage (p. ex., source d'eau pour décontaminer l'équipement, installations de laboratoire sur place, accès à des services d'expédition des échantillons);
- répertorier les hôpitaux locaux et relever les numéros d'urgence à composer en cas d'accident ou de blessure;
- au besoin, effectuer un relevé des perturbations du sol à des profondeurs de >30 cm afin de repérer les installations souterraines (p. ex., pipelines) susceptibles de constituer un risque au moment du creusage (Hatscan, 2006) – certaines compétences peuvent exiger une formation officielle dans le domaine de la perturbation du sol.

Les sources à consulter à cette fin incluent (Mason, 1992; Paetz et Wilke, 2005) :

- les cartes détaillées (du sol, de la végétation, du relief);
- les images de télédétection (p. ex., photographies aériennes ou imagerie satellitaire);
- les rapports, publications et études des bureaux d'arpentage, les commissions géologiques, les services d'inspection des établissements industriels, les commissions des mines, les compagnies minières, pétrolières et gazières, les institutions de géotechnologie, les archives régionales et municipales, les musées locaux, les services agricoles, géologiques et forestiers;
- les études environnementales menées par des institutions universitaires et gouvernementales;
- les études d'impact environnemental ou d'évaluation environnementale;
- les levés du site.

On trouvera à l'annexe F des références aux ressources canadiennes affichées sur le Web (p. ex., cartes pédologiques, cartes de la végétation, information sur la couverture terrestre).

En plus de recueillir des données documentaires, il faudrait, avant de se rendre sur le lieu d'échantillonnage, prendre des dispositions en vue de l'expédition des échantillons de sol au laboratoire d'essais (il peut y en avoir plus d'un).

3.3.3.1 Classification écologique

La classification écologique de la zone d'étude constitue un des fondements des évaluations sur le terrain, que ce soit à l'échelle de reconnaissance ou à l'échelle du site. Cette classification repose sur une vision holistique des interactions et des liens entre les composantes suivantes de l'écosystème : géologie, relief, sol, végétation, climat, espèces fauniques et floristiques, eau, activités anthropiques. Les processus écosystémiques et leurs interactions, de même que la prédominance relative de leurs effets individuels ou combinés, servent à la définition spatiale et à la classification écologique des terres. La classification de l'écosystème (il peut y en avoir plus d'un) d'une zone d'étude donne accès à un bassin de connaissances sur les processus qui y sont à l'œuvre et permet de planifier les lieux d'échantillonnage à une grande échelle. Elle facilite également le repérage d'un ou de plus d'un *site de référence* adéquat, de même que le choix des espèces expérimentales pertinentes.

Le *Cadre écologique national pour le Canada* (Marshall et Shut, 1999) renferme une description de la classification écologique des terres et définit les écozones et les écorégions du Canada. Les autres systèmes de classification à l'échelle des provinces et territoires et pour des régions écologiques précises (p. ex., régions forestières) sont listés à l'annexe B, tandis que des références à d'autres ressources affichées sur le Web (p. ex., cartographie) sont fournies à l'annexe F.

3.3.3.2 Levés pédologiques

L'identification sur place des sols constitue un élément important de l'évaluation d'un lieu contaminé et devrait être effectuée avant ou pendant le

prélèvement de sol aux fins d'essais biologiques. Elle fournit la base de la détection de facteurs confusionnels possibles de la contamination ou de la toxicité, du choix des échantillons et des espèces expérimentales pour le tri sur le terrain et les essais, de même que de l'interprétation des résultats des essais (MEA, 2008).

Pour identifier le sol d'un lieu contaminé, le chercheur peut d'abord consulter les cartes pédologiques de la zone d'étude. De telles cartes montrent la distribution des types ou des classes de sols d'une région physiographique. Cette distribution résulte des influences combinées de la région physiographique (climat et matériau parental), des communautés végétales (écorégion et espèces végétales dominantes) et du paysage (relief et mouvement de l'eau de surface) qui se manifestent dans la région en question. Pour produire une carte pédologique, on procède à une reconnaissance du sol en ayant en tête, habituellement, une utilisation précise de celui-ci, et on établit les unités cartographiques d'après les caractéristiques pédologiques qui ont de l'importance pour cette utilisation.

On peut se procurer auprès de sources fédérales et provinciales des levés pédologiques et des données cartographiques pour des régions précises. Par exemple, le Service d'information sur les sols du Canada a produit — et regroupé dans sa Base nationale de données sur les sols — des versions en ligne et sur papier des levés pédologiques exécutés dans chaque province et/ou territoire (http://res.agr.ca/siscan/nsdb/intro.html). S'il n'existe pas de levé pédologique officiel pour une région particulière, il est possible que des données aient été recueillies ou résumées par des entreprises industrielles de la région et/ou aux termes de projets de recherche universitaire. Si aucune carte pédologique n'est disponible, il est fort probable que la Commission géologique du Canada ait produit des cartes géologiques pouvant être utilisées comme point de départ du levé pédologique ou de la classification des sols d'une région donnée. On trouvera dans AC (1981) un examen détaillé des méthodes de levés pédologiques et de cartographie des sols.

3.3.3.3 Levé du site

Toute évaluation d'un lieu contaminé devrait comporter un levé initial du site. Ce levé devrait être exécuté dans le cadre de l'évaluation préalable ou avant le prélèvement d'échantillons de sol aux fins d'essais biologiques[3]. Il est recommandé de procéder à un levé initial du site à cause des renseignements importants qui peuvent en être tirés pour améliorer l'efficacité et la précision du plan d'échantillonnage et faciliter le choix des essais biologiques et des espèces expérimentales.

Le levé d'un site peut comporter divers éléments, dont les suivants :

- inspection visuelle du site – observation de caractéristiques comme la décoloration du sol ou la présence d'une contamination visible (p. ex., zones où le sol est le plus contaminé ou « points chauds » chimiques);
- inventaire de la végétation – végétation des étages supérieur et inférieur, changements dans la couverture végétale ou absence d'une telle couverture (p. ex., zones d'incidence maximale ou « points chauds » toxicologiques), présence ou absence d'un habitat convenant aux récepteurs écologiques préoccupants [Department of Environment (UK), 1994];
- équipement de détection chimique sur place – par exemple, un détecteur de fluorescence à rayons X ou un détecteur d'absorption atomique sur le terrain (pour identifier les métaux), un test colorimétrique [pour mesurer les HCP, les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) totaux et certains explosifs] (MEA, 2008), un chromatographe gazeux portatif ou un détecteur portatif à photo-ionisation [pour mesurer les composés organiques volatils (COV)] (EC, 2002a, 2002b) peuvent servir à peaufiner le plan d'échantillonnage;
- test préalable *in situ* sur la *salinité* du sol – effectué avec des sondes de conductivité électrique étalonnées, des solutions de l'eau du sol et des extraits de pâte saturée;
- test préalable *in situ* sur le *pH* du sol – peut être effectué avec du papier tournesol, une sonde étalonnée, des extraits du sol ou des solutions;
- teneur en chlorure du sol – peut être estimée au moyen de tests préalables (p. ex., titrateur Quantab[MC]);

[3] Le levé d'un site se distingue d'un levé légal : ce dernier sert à établir les limites d'une zone contaminée pour s'assurer que l'évaluateur ne les dépasse pas, de même qu'à relever tout mouvement du ou des contaminants par-delà les limites légales.

- prélèvement d'échantillons exploratoires aux fins d'essais biologiques préalables, dont les suivants : toxicité aiguë, vers de terre; comportement d'évitement, vers de terre; toxicité par contact, espèces microbiennes, *fonctionnalité*, phytotoxicité (Phytotoxkit^{MC}), levée de plantules, allongement des racines (v. le tableau 2 à la section 2);

- prélèvement d'échantillons chimiques exploratoires (s'il s'agit d'une étude menée au niveau préalable et qu'aucun échantillon chimique n'a encore été prélevé).

Une fois le levé terminé et les résultats compilés, il convient d'établir un rapport qui viendra s'ajouter aux données documentaires recueillies.

3.3.4 Choix des lieux d'échantillonnage

La présente sous-section et celle qui suit renferment des observations d'ordre général sur le choix des lieux d'échantillonnage, de même que des conseils sur la façon de choisir les stratégies d'échantillonnage en fonction des objectifs généraux de l'étude et des essais biologiques.

Le choix des lieux d'échantillonnage dépend des objectifs de l'étude, des OQD, de l'information préliminaire recueillie et des conditions *in situ* (Paetz et Wilke, 2005). Le tableau 7 résume les stratégies d'échantillonnage, dont celles décrites ci-après, et leurs critères de sélection respectifs. Les lecteurs trouveront à l'annexe C de plus amples détails ainsi que des conseils pertinents.

Voici des exemples des conditions *in situ* à prendre en considération dans la conception d'une stratégie d'échantillonnage :

- relief à l'échelle locale (p. ex., zones de dépôt de contaminants atmosphériques; zones déprimées où les contaminants liquides des déversements pourraient se concentrer);

- proximité d'une masse d'eau (p. ex., zones riveraines où l'eau pourrait être une source ou un puits de contaminants);

- conditions climatiques (p. ex., vents dominants);

- couverture forestière;

- couverture végétale;

- habitat des récepteurs écologiques;

- type de sol et/ou caractéristiques physicochimiques du sol [p. ex., pH, texture, teneur en matière organique (TMO)];

- type d'assise rocheuse;

- emplacement de la source de contamination (ponctuelle ou diffuse);

- direction de la contamination (unidirectionnelle ou diffuse);

- concentrations naturelles des contaminants susceptibles d'être préoccupants;

- propriétés physicochimiques des contaminants préoccupants (p. ex., gazeux, solides, liquides, volatils, hydrosolubles).

3.3.5 Stratégies d'échantillonnage

Il existe de nombreux types de stratégies d'échantillonnage, les deux principaux étant l'échantillonnage probabiliste et l'échantillonnage non probabiliste. Lorsqu'on a recours à une stratégie d'échantillonnage non probabiliste (aussi appelée ciblée, de commodité ou au jugé), le choix des lieux d'échantillonnage repose sur les connaissances d'experts ou le jugement professionnel. Dans le cas d'une stratégie probabiliste, on fait appel à une théorie statistique et les lieux sont choisis au hasard (USEPA, 2002a). Les stratégies d'échantillonnage non probabilistes peuvent être d'application plus rapide que les probabilistes si on dispose d'informations sur la contamination du site, mais elles ne permettent pas de mesurer la précision de ces données ni d'interpréter celles-ci par des méthodes statistiques. Si les stratégies d'échantillonnage probabilistes sont plus difficiles à mettre en œuvre (elles exigent souvent l'intervention d'un statisticien), elles permettent cependant de mesurer l'incertitude associée aux données, de tirer des conclusions quantitatives au sujet de la toxicité du sol échantillonné (p. ex., inférences statistiques au sujet des données) et de tenir compte des critères d'erreur de décision (USEPA, 2002a).

Il est important de garder à l'esprit que le choix d'une stratégie d'échantillonnage repose avant tout sur les objectifs de l'étude et, accessoirement, sur les caractéristiques du site. Il faut donc énoncer clairement ces objectifs afin de choisir une stratégie rentable et défendable.

Le choix de la stratégie d'échantillonnage se fonde sur les éléments suivants :

- la nature de tout ou partie du site d'étude (qu'on appelle parfois la population statistique)[4] et le profil des contaminants (p. ex., type et distribution spatiale) du lieu à échantillonner;
- les types d'inférences fondées sur les données recueillies (p. ex., les questions auxquelles il faut répondre à l'aide des données);
- des considérations pragmatiques (coûts, accessibilité du site, etc.).

À défaut de tenir compte des deux premiers facteurs susmentionnés, les inférences fondées sur les données d'échantillonnage pourraient être biaisées, voire incorrectes. L'exemple A illustre cette possibilité.

Exemple A. Évaluation d'un emplacement industriel contaminé par des HCP, où la décision en matière d'environnement se fonde sur une concentration moyenne n'excédant pas une certaine valeur. Il arrive souvent que les échantillons soient prélevés pour la plupart autour de sources ponctuelles connues ou présumées et quelques-uns seulement, dans des zones apparemment non contaminées. Si on fait simplement la moyenne des données recueillies, la valeur ainsi obtenue est biaisée à la hausse pour l'ensemble du lieu visé, et la décision en matière de gestion de l'environnement s'en trouve biaisée. Si l'évaluation a pour objet de repérer les « points chauds », le prélèvement de la plupart des échantillons à même les sources connues de contamination ne fait que confirmer ce qu'on sait déjà et la probabilité de rater des points chauds inconnus reste élevée. Enfin, si l'échantillonnage a pour objet de délimiter les zones de contamination (p. ex., définition d'*isolignes* correspondant à un critère décisionnel, comme une concentration précise d'un contaminant), l'utilisation d'une autre stratégie d'échantillonnage s'impose.

Avant de procéder à l'échantillonnage, il est essentiel de bien définir l'utilisation prévue des données qui seront recueillies. Il est recommandé de procéder à des échanges avec tous les intervenants afin de s'assurer que les buts de la stratégie d'échantillonnage seront atteints de la manière la plus économique et la plus défendable qui soit d'un point de vue scientifique.

Le prélèvement d'échantillons se fonde sur une stratégie d'échantillonnage. Par conséquent, avant de décider de la stratégie à employer, il faut définir le lieu qui fera l'objet d'inférences. Aux fins des essais biologiques sur des échantillons de sol, on définit un lieu d'échantillonnage comme étant l'étendue de terrain qui sera caractérisée d'un point de vue biologique. Les échantillons constituent des éléments discrets de la population statistique de ce lieu. Étant donné que les contaminants du sol et le sol lui-même sont répartis d'une manière continue ou quasi continue, on ne peut choisir des éléments discrets. C'est pourquoi la notion de choix d'un élément (l'échantillon) parmi une liste de tous les éléments possibles (qu'on appelle souvent « cadre d'échantillonnage » dans les ouvrages statistiques) ne s'applique pas. On choisit plutôt un lieu d'échantillonnage à l'intérieur d'un site. Le continuum de la composition du sol et de la distribution des contaminants d'un site et l'incapacité de choisir des éléments discrets influent sur la façon de prélever et même de définir un « échantillon ». L'exemple B illustre ce qui précède.

Exemple B. Échantillon de sol prélevé à l'aide d'un long carottier et constitué de la couche organique superficielle, de divers horizons de sol et de matériau parental ayant peut-être subi une altération météorique. Dans cet échantillon, les concentrations du ou des contaminants peuvent varier avec la profondeur, et ce, en fonction notamment du relief, de la porosité du sol et des caractéristiques de séquestration du ou des contaminants. La concentration moyenne calculée pour cet échantillon pourrait donc être très différente de celle établie pour un échantillon renfermant un seul horizon pédologique. Il est important que la définition du terme « échantillon » prélevé dans un continuum comme un sol reflète non seulement les préoccupations des intervenants, mais aussi le type de contaminant et les voies d'exposition pertinentes, notamment.

Il ressort clairement de l'exemple qui précède que la définition du terme « échantillon » peut être propre au site. Par conséquent, dans le contexte de la présente sous-section, ce terme est utilisé dans son sens général.

3.3.5.1 Contrôle du taux d'erreur

Les résultats d'un ensemble de mesures biologiques effectuées à un endroit et à un moment précis peuvent être résumés de différentes façons. Par exemple, la médiane peut représenter le « milieu » ou le « centre » de l'ensemble de données. Si un autre ensemble de mesures étaient effectuées à un endroit légèrement

[4] D'un point de vue statistique, le terme « population » utilisé dans les programmes d'échantillonnage désigne l'ensemble des unités auxquelles s'appliquent les mesures de la contamination ou les valeurs préliminaires de la toxicité d'un lieu.

différent ou un autre jour, on obtiendrait une médiane quelque peu différente. Des échantillonnages répétés vont donner diverses médianes regroupées autour d'une valeur centrale quelconque, et une seule de ces médianes correspondra à la valeur obtenue pour un ensemble précis de données.

La conclusion à laquelle on arrive après un test d'hypothèse est fonction de la ou des médianes estimées (et, par extension, de l'ensemble de réponses biologiques obtenues). Il est possible (mais peu probable) que, même si des effets biologiques indésirables se manifestent *in situ*, un ensemble donné d'échantillons révèle l'absence ou la quasi-absence d'effets. Si la médiane (peu probable) établie était comparée, par exemple, à celle d'une étude de référence sur l'exposition ou à un point de décision réglementaire, on pourrait conclure que l'hypothèse nulle, c'est-à-dire l'absence d'effets biologiques, ne peut être rejetée. Cette conclusion est erronée, étant donné qu'« on sait » que des effets biologiques indésirables se manifestent. C'est ce qu'on appelle une erreur de type II (ou de deuxième espèce, habituellement désignée par la lettre grecque bêta – β); elle amène le gestionnaire de l'environnement à conclure, à tort, à l'absence d'effets biologiques indésirables sur le site d'étude.

Un autre type d'erreur connexe aux tests d'hypothèse est l'erreur de type I (ou erreur de première espèce, habituellement désignée par la lettre grecque alpha – α), qui survient quand on conclut, à partir d'un ensemble particulier de données, qu'il existe d'importants effets biologiques indésirables, alors que ce n'est pas le cas.

Pour les milieux récepteurs aquatiques, Environnement Canada (EC, 2002c, 2004b) et Affaires indiennes et du Nord canadien (maintenant Affaires autochtones et Développement du Nord Canada) (AINC, 2009) préconisent d'attribuer la même valeur aux deux types d'erreurs, étant donné que le risque de conclusion erronée peut être favorable tout autant à l'environnement qu'aux responsables de déversements dans ces milieux. Toutefois, dans le cas de milieux naturels particuliers (*milieux humides*, sites du patrimoine), le taux d'erreur de type II pourrait être plus bas que celui de type I.

Pour le moment, il n'y a pas de taux d'erreur prescrit par la loi au Canada. Certains auteurs sont d'avis que ce taux devrait être de ≤20 %. En ce qui a trait à la protection des milieux récepteurs aquatiques, les taux d'erreur analysés dans EC (2002c, 2004b) sont de 10 %, tandis que le taux d'erreur de type II recommandé dans AINC (2009) est de ≤10 %.

Compte tenu de l'importance de la question, il faudrait discuter des taux d'erreur au moment de la conception de l'*étude d'évaluation* biologique d'un lieu contaminé, et le taux d'erreur de type I doit être précisé avant l'analyse statistique des données, à défaut de quoi la validité des conclusions sera suspecte. Les taux d'erreur des deux types, qui définissent les degrés d'incertitude et de variation des données qui sont acceptables pour le décideur, sont d'importants exemples d'OQD qu'il faudrait déterminer dès le début de l'étude, comme il est indiqué en 3.3.1. Les éléments dont on doit tenir compte dans les discussions entourant les taux d'erreur incluent : 1) la relation entre les taux d'erreur, le degré de protection de l'environnement et les coûts des évaluations biologiques ou de l'assainissement; 2) la nécessité d'établir des taux d'erreur de type I et de type II différents. Le tableau 6 résume la relation entre les taux d'erreur des types I et II.

Le reste de la présente sous-section décrit certaines stratégies d'échantillonnage courantes. Les descriptions s'accompagnent de recommandations générales, étant donné que ces stratégies sont fonction des objectifs particuliers à chaque étude. Les études de cas présentées à l'annexe C apportent un complément aux descriptions qui suivent. Les lecteurs trouveront également dans cette annexe des indications sur la façon de calculer le nombre d'échantillons à prélever, de même que des directives plus détaillées. Les stratégies décrites ci-après ont été choisies en fonction de leur applicabilité aux plans d'échantillonnage de sols soumis à des essais toxicologiques, de la possibilité de les utiliser comme base de stratégies plus complexes et de la facilité d'utilisation et d'interprétation des données par des non-statisticiens. Il existe des plans d'échantillonnage plus économiques et plus nuancés (et considérablement plus complexes), dont certains sont décrits dans Cochran (1977), Gilbert (1987), Thompson (1992) et USEPA (2002a, 2002b). On devrait demander l'avis d'un statisticien dans le cas de scénarios d'échantillonnage compliqués afin de s'assurer que les données qui seront recueillies conviennent aux fins prévues. On pourrait aussi consulter un statisticien afin d'optimiser les stratégies lorsque les coûts associés à la collecte d'information ou la probabilité d'en arriver à une conclusion erronée sont très élevés, ou lorsque divers objectifs doivent être conciliés en raison d'un budget limité.

Tableau 6. Relation entre les erreurs de type I et de type II

Décision	Hypothèse nulle correcte	Hypothèse nulle incorrecte
Ne pas rejeter l'hypothèse nulle	Inférence correcte	Erreur de type II (β)
Rejeter l'hypothèse nulle	Erreur de type I (α)	Inférence correcte

3.3.5.2 Échantillonnage aléatoire simple

Dans un échantillonnage aléatoire simple (EAS), chacun des échantillons qu'il est possible de prélever a une chance égale d'être prélevé. Le processus de randomisation permet de tenir compte des effets de facteurs confusionnels[5] inconnus, ce qui fait la force de l'EAS. Toutes les stratégies d'échantillonnage probabilistes comportent une certaine forme de sélection d'un échantillon aléatoire simple.

Avantages de l'EAS :

- stratégie facile à concevoir, étant donné que les points d'échantillonnage sont choisis au hasard;
- absence de biais dans les estimations de la moyenne et de la variance;
- données faciles à analyser par des non-statisticiens – les formules sont simples et il existe déjà des logiciels et des tables de calcul.

Inconvénients de l'EAS :

- n'intègre pas l'information disponible quant aux facteurs confusionnels connus ou inconnus, ce qui risque de réduire l'efficacité[6] de cette stratégie par rapport à d'autres; les analyses statistiques peuvent intégrer les effets des facteurs confusionnels connus, mais seulement si, par le simple jeu du hasard, on peut tirer suffisamment d'information des échantillons prélevés de manière aléatoire;
- par le simple jeu du hasard, peut ne pas couvrir adéquatement un site;
- peut être difficile à mettre en œuvre à certains endroits en raison de problèmes d'accès.

On peut utiliser une stratégie d'échantillonnage aléatoire lorsque tous les facteurs influant sur la toxicité d'un sol sont homogènes dans l'ensemble du site. Cela suppose qu'on connaît a priori les concentrations du ou des contaminants et les facteurs modifiant la toxicité *in situ*. S'il n'existe aucun niveau de confiance raisonnable quant à l'homogénéité de ces facteurs (et peut-être d'autres), il faudrait choisir une autre stratégie d'échantillonnage. La section C.2 de l'annexe C présente une étude de cas (étude de cas n° 1) sur l'utilisation d'un EAS.

3.3.5.3 Échantillonnage aléatoire stratifié

Dans un échantillonnage aléatoire stratifié (EASt), on choisit des échantillons au hasard à l'intérieur d'une strate. Une strate peut être définie du point de vue des effets sur la variable mesurée, comme les résultats d'un essai biologique. Par exemple, la composition du sol est un facteur susceptible d'avoir un effet sur les résultats d'un essai biologique et elle peut ne pas être homogène dans l'ensemble du site. Les résultats d'un essai biologique sur des échantillons d'une lentille de loam argileux différeront sans doute de ceux d'un essai toxicologique sur des échantillons de loam sableux. Si l'étude a pour objet de comprendre comment la toxicité varie dans l'ensemble du site d'étude, il est important de s'assurer que les échantillons sont prélevés dans chacune des strates.

Autre exemple : le site d'étude est un sol très mince ou pierreux présentant des poches de sol plus profond où l'activité biologique est intense. Il peut être stratifié en fonction de ces microsites écologiquement productifs.

On peut aussi définir les strates pour des raisons pragmatiques, comme la facilité d'échantillonnage, le coût de l'échantillonnage dans diverses parties du site et la nécessité d'utiliser différentes techniques de terrain à cause des caractéristiques variables du site.

[5] Un facteur confusionnel est une variable qui ne présente pas un intérêt direct, mais qui peut biaiser l'interprétation des données. Par exemple, une pente peut avoir un effet sur la distribution des concentrations d'une substance chimique dans l'ensemble du site. Si on n'en tient pas compte, l'interprétation des données peut s'en trouver faussée.

[6] L'efficacité désigne ici le nombre d'échantillons requis pour atteindre un niveau donné de précision statistique.

Avantages de l'EASt :

- lorsque les facteurs confusionnels sont connus ou compris, un échantillonnage qui tient compte de ces facteurs (plutôt que de les ignorer, comme c'est le cas dans l'EAS) est, pour un nombre équivalent d'échantillons, statistiquement plus puissant en raison de la répartition de la variance dans les strates plutôt que dans l'erreur résiduelle; en conséquence, un EASt peut être plus efficace et plus économique qu'un EAS;

- un EASt se prête à des tests d'hypothèse au sujet des strates; dans un EAS, le nombre d'échantillons prélevés dans une strate peut être insuffisant pour vérifier une hypothèse *a posteriori*, ce qui est particulièrement le cas si la strate représente une petite fraction spatiale d'un site;

- il est possible de fixer à l'avance la précision des données dont on a besoin au sujet de la strate pour établir certaines statistiques (comme une moyenne), ce qui peut être utile lorsqu'une variation différentielle est attribuable à la strate (p. ex., fertilité du sol);

- on peut réduire le coût total d'une expérience en limitant les prélèvements dans les strates où l'échantillonnage est coûteux.

Inconvénients de l'EASt :

- il faut définir les strates avant l'échantillonnage;

- lorsque les stratégies d'EASt sont optimisées en vue de réduire les coûts ou d'obtenir un niveau de précision prédéterminé, les résultats souhaités peuvent ne pas être atteints si les strates sont mal définies;

- l'EASt peut biaiser les estimations à l'échelle du site (p. ex., sa toxicité moyenne) si la probabilité que des échantillons soient prélevés dans une strate particulière n'est pas connue; en conséquence, l'interprétation statistique des données doit tenir compte de cette probabilité.

L'augmentation du coût des analyses proportionnellement au produit du nombre de niveaux de chaque facteur confusionnel est un élément[7] dont on doit tenir compte dans un EASt.

Prenons par exemple deux facteurs confusionnels, comme la TMO et le pourcentage de sable d'un sol. Si chacun de ces deux facteurs comporte deux niveaux, disons un « élevé » et un « faible », il faudra prendre quatre strates en considération. S'il en comporte trois, disons un « élevé », un « moyen » et un « faible », le nombre de strates passera à neuf et l'effort d'échantillonnage s'en trouvera plus que doublé. En conséquence, pour caractériser les trois niveaux de chacun des deux facteurs confusionnels, il faudra prélever un nombre adéquat[8] d'échantillons dans chacune des 9 (3 × 3) cellules du plan d'échantillonnage.

Les EASt sont utiles pour traiter des effets des facteurs confusionnels connus. Toutefois, l'étendue spatiale de ces facteurs peut varier dans l'ensemble du site; si on n'en tient pas compte, l'effort d'échantillonnage pourrait être disproportionné dans une strate ou plus. L'exemple C illustre ce point.

Exemple C. Site où le facteur confusionnel, soit la matrice du sol, comporte deux niveaux : un loam sableux et un loam argileux, qui constituent 90 % et 10 % de la matrice, respectivement. En raison des mécanismes de sorption, la plus grande partie des contaminants (p. ex., des HCP) se trouvera sans doute dans le loam argileux et présentera une certaine hétérogénéité à petite échelle. Dans ce cas, pour mieux évaluer la toxicité du sol, l'effort d'échantillonnage serait concentré d'une manière disproportionnée dans l'une ou l'autre strate, non pas selon un ratio de 9:1 correspondant à l'étendue spatiale des deux loams, mais plutôt en raison de la plus grande variation prévue dans la strate de loam argileux.

Dans l'exemple qui précède, des éléments comme la séquestration différentielle des contaminants à l'étude et la variation différentielle entre les niveaux du facteur confusionnel (matrice du sol) mènent à un effort d'échantillonnage non proportionnel entre ces niveaux. Lorsque les facteurs portant à croire qu'il faut procéder à un échantillonnage non proportionnel sont d'ordre quantitatif, comme le coût de l'échantillonnage ou la variation différentielle, on utilise des outils statistiques afin d'optimiser l'expérience, conformément à l'utilisation prévue

[7] Le terme « élément » est utilisé plutôt que le terme « inconvénient » parce que la présence de nombreux facteurs susceptibles d'influer sur la toxicité n'est pas attribuable au plan d'échantillonnage, mais à l'existence d'interactions entre les composants biotiques et abiotiques du milieu naturel.

[8] On peut recourir à des méthodes statistiques (p. ex., plans factoriels fractionnés) pour réduire l'effort d'échantillonnage dans les cellules du plan d'échantillonnage; il faudra sans doute consulter un statisticien à cette fin.

des données. La section C.3 de l'annexe C présente une étude de cas (étude de cas n° 2) sur l'utilisation d'un EASt.

3.3.5.4 Échantillonnage systématique

Dans un échantillonnage systématique, on choisit un seul point au hasard, puis on échantillonne les autres points à des intervalles précis. L'échantillonnage systématique le plus simple se fait le long d'un transect (unidirectionnel). Dans un échantillonnage systématique bidirectionnel, on choisit les points d'échantillonnage du sol superficiel d'un lieu présumé contaminé à partir d'un quadrillage (ou grille) superposé de façon aléatoire au sol ou à une carte du site, et l'échantillonnage se fait aux points d'intersection des lignes. Le quadrillage peut être conçu en fonction du nombre souhaité de points d'échantillonnage. Toutefois, le plus souvent, on ne conserve que le nombre de points d'intersection correspondant au nombre d'échantillons à prélever.

Une mise en garde s'impose quant à cette approche : si les intervalles du quadrillage correspondent à une périodicité dans les échantillons de sol, les inférences tirées des données pourraient être biaisées. Diverses mesures d'assainissement du sol pourraient, en théorie, induire une périodicité dans un lieu dont on évalue la toxicité. Par exemple, l'injection de cultures bactériennes, ou encore l'introduction physique de *matières* par des moyens mécaniques comme un chisel, pourrait conférer un profil spatial à un site. Si ce profil correspond ou ressemble au quadrillage appliqué, les résultats pourraient être biaisés. Lorsqu'on échantillonne un sol pour évaluer sa toxicité, on devrait tenir compte de ce phénomène, même s'il est peu probable.

Avantages de l'échantillonnage systématique :

- facile à exécuter;
- n'exige pas de connaissances a priori du site;
- assure une bonne couverture spatiale du site (mais on ne devrait pas ignorer les facteurs confusionnels connus);
- facile à utiliser d'une manière séquentielle;
- peut donner des estimations non biaisées de la moyenne (en supposant qu'on utilise les formules et les variantes des plans d'échantillonnage systématique décrits à la section C.4 de l'annexe C).

Inconvénients de l'échantillonnage systématique :

- peut compromettre la capacité d'évaluer les effets de facteurs confusionnels connus;
- si la périodicité *in situ* correspond aux points d'intersection du quadrillage, les statistiques estimatives peuvent être biaisées;
- les variances sont plus difficiles à estimer qu'avec d'autres stratégies d'échantillonnage. En particulier, lorsqu'on échantillonne des sols contaminés, la corrélation entre les observations induites des mécanismes de dispersion (comme le vent) biaise les estimations de la variance, presque assurément à la hausse. Iachan (1982) ainsi que Bellhouse et Sutradhar (1988) présentent diverses méthodes d'estimation de la variance des données recueillies au moyen d'un échantillonnage systématique.

L'échantillonnage systématique le long d'un transect ne constitue sans doute pas la meilleure utilisation des ressources lorsqu'on évalue un seuil de toxicité au moyen d'essais toxicologiques. Il serait préférable de prélever des échantillons au « sommet » (concentration la plus élevée) et à la « base » (concentration la plus basse) du gradient, les autres échantillons étant prélevés autour du seuil suspecté.

L'échantillonnage systématique en grille est recommandé dans les cas suivants : le site est présumé hétérogène et il existe peu d'information documentaire pour orienter l'échantillonnage; il est probable que les résultats des essais biologiques sur des échantillons de sol de lieux adjacents soient corrélés; il est indiqué de délimiter la toxicité; il est souhaitable, afin de comprendre comment la toxicité varie dans l'ensemble du site, de trouver un « point chaud »[9] ou d'estimer la probabilité de rater un point chaud. On conseille aussi de procéder à un échantillonnage systématique en grille lorsque les données doivent être utilisées pour cartographier, au moyen de la modélisation géostatistique, la réponse biologique *in situ*. L'étude de cas n° 3, à la section C.4 de l'annexe C, présente une adaptation de l'échantillonnage systématique (étude unidirectionnelle le long d'un transect). La section D.2 de l'annexe D décrit l'utilisation de méthodes géostatistiques faisant appel aux données tirées d'échantillonnages systématiques pour établir des cartes de la toxicité du sol (cartes d'isolignes). Les lecteurs qui ne connaissent pas la géostatistique devraient d'abord

[9] Les points chauds sont traités dans la section C.5 (étude de cas n° 4) de l'annexe C.

consulter la sous-section 3.3.6 ci-après et la section D.1 de l'annexe D avant de lire les études de cas présentées en D.2.

3.3.5.5 Échantillonnage en grappes adaptatif

L'échantillonnage en grappes adaptatif (EGA) se fait en deux étapes. On procède d'abord à un échantillonnage probabiliste du site (il peut s'agir d'un échantillonnage aléatoire simple ou stratifié, p. ex.). Ensuite, à des endroits choisis en raison de l'intérêt particulier qu'ils présentent, on prélève d'autres échantillons selon une règle de décision.

L'EGA peut s'avérer très économique si l'échantillonnage initial consiste en mesures peu coûteuses, comme des mesures *in situ* ou en laboratoire, à court délai d'exécution.

Avantages de l'EGA :

- peut être économique;
- est utile pour délimiter les zones d'intérêt.

Inconvénients de l'EGA :

- il n'y a aucun contrôle quant au nombre total d'échantillons, étant donné qu'on ne sait pas à l'avance combien de points d'échantillonnage discrets dépasseront le critère d'échantillonnage en grappes;
- il faut utiliser des techniques spéciales d'estimation statistique, comme les moyennes;
- l'intervalle de temps entre la première et la deuxième ronde d'échantillonnage peut être inacceptable.

Un EGA convient lorsque l'existence de points chauds est connue, mais non leur nombre exact ou leur étendue, et qu'on dispose, pour l'échantillonnage probabiliste initial, de mesures de remplacement à exécution rapide ou relativement peu coûteuses. Comme il est indiqué plus haut, l'étude de cas n° 3, à la section C.4 de l'annexe C, présente une adaptation de l'échantillonnage systématique.

3.3.5.6 Échantillonnage d'ensembles ordonnés

Tout comme l'EGA, l'échantillonnage d'ensembles ordonnés (EEO) se fait en deux étapes. Il existe diverses formes d'EEO, mais seule la plus simple, employée avec un EAS applicable aux sols, est présentée ici[10]. Dans la première étape, on choisit au hasard m^2 points d'échantillonnage à l'intérieur d'un site, « m » étant le nombre de rangs (habituellement un petit nombre, entre 2 et 7, p. ex.). Ces points sont ensuite répartis au hasard en m « ensembles ». Pour chaque ensemble, on attribue des rangs aux points d'échantillonnage d'après la variable d'intérêt, cette attribution faisant appel au jugement professionnel ou à l'information tirée d'un essai rapide ou préalable (en laboratoire ou sur le terrain) fortement corrélé avec les paramètres de l'essai biologique définitif. Ensuite, on choisit le point d'échantillonnage du rang le plus bas (ou le plus élevé) aux fins de l'essai définitif à mener en laboratoire. Cette procédure est reprise avec chacun des autres ensembles, jusqu'à ce qu'un jeu complet d'échantillons ait été prélevé.

Supposons que la procédure d'attribution de rangs permet de distinguer trois rangs, soit bas, moyen et élevé (m = 3). Il faut alors choisir au hasard neuf emplacements sur le site. Trois d'entre eux sont attribués au hasard à l'ensemble A, trois à l'ensemble B et trois à l'ensemble C. Les emplacements de l'ensemble A sont ordonnés en fonction de chacun des trois rangs à l'aide d'un essai préalable, et l'échantillon provenant de l'emplacement correspondant au rang « bas » est retenu pour l'essai biologique. Pour l'ensemble B, c'est celui correspondant au rang « moyen » qui est retenu, et pour l'ensemble C, celui correspondant au rang « élevé ». Dans cet exemple, trois échantillons sont prélevés aux fins d'essais biologiques[11]. La même procédure est reprise r fois afin que $n = r \times m$ essais biologiques puissent être exécutés. Lorsqu'on utilise l'EEO, il est très important que les essais préalables (ou le jugement professionnel) soient fortement corrélés avec les paramètres de l'essai biologique définitif.

Avantages de l'EEO :

- l'erreur type de la moyenne est moins élevée que dans l'EAS (McIntyre, 1952);

[10] D'autres formes d'EEO comportent le choix au hasard de points d'échantillonnage à l'intérieur d'une strate, le long de transects, etc.

[11] Soulignons que le hasard n'intervient pas dans le rang (bas, moyen ou élevé) attribué à chacun des trois échantillons d'un ensemble. Toutefois, chaque élément d'un ensemble est choisi au hasard à partir de l'information sur son rang. Certains ensembles complets donneront, par le simple jeu du hasard, des estimations plus élevées de la toxicité, même dans le cas de l'échantillon de rang « bas » d'un ensemble. Lorsqu'on procède de la même manière pour tous les ensembles, on obtient une bonne couverture de la distribution de la toxicité pour tout le site.

- peut être très économique, car la collecte d'information sur le rang des emplacements est nettement moins coûteuse qu'un essai en laboratoire;
- permet de s'assurer que des observations inhabituelles n'influent pas indûment sur la conclusion générale.

Inconvénients de l'EEO :

- la méthode d'attribution de rangs (jugement expert ou, dans le cas d'un essai biologique sur un sol, plus probablement un test sur le terrain) doit être précise quant aux rangs réels;
- l'interprétation des données est plus complexe que dans le cas d'un EAS.

On devrait recourir à un EEO lorsqu'une méthode fiable d'attribution de rangs est moins coûteuse que la ou les méthodes d'essai biologique utilisées pour les inférences.

3.3.5.7 Informations disponibles sur le site

La capacité de choisir la stratégie d'échantillonnage la plus efficace en regard d'un but particulier est fonction des renseignements dont on dispose sur le site. Il peut s'agir, par exemple, d'informations très générales sur le relief, de renseignements détaillés sur les contaminants préoccupants, de la mesure de la réaction à des facteurs modifiant la toxicité de contaminants donnés, ou encore de résultats d'essais biologiques préalables ou même définitifs (v. la figure 1). Il faut recueillir des données documentaires dès l'étape de la conception du plan d'étude afin d'éclairer le choix de la stratégie d'échantillonnage et l'établissement du plan connexe (v. 3.3.3).

La ou les stratégies d'échantillonnage choisies doivent être propres au site et tenir compte des objectifs de l'étude et des caractéristiques du site. Quelle que soit la stratégie retenue, on devrait l'appliquer en tenant compte des informations disponibles.

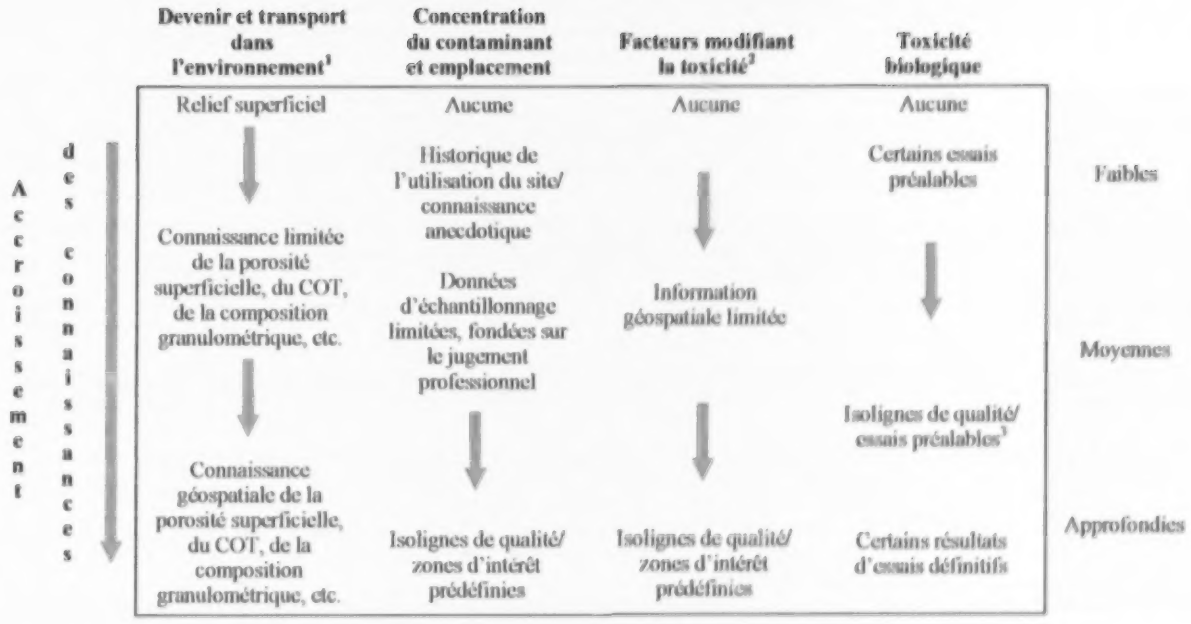
3.3.5.8 Échantillons représentatifs

Dans toute stratégie d'échantillonnage, il est important que les échantillons prélevés aux fins d'essais biologiques représentent adéquatement et précisément la ou les caractéristiques du type de sol, le lieu d'échantillonnage ou les conditions environnementales du site (USEPA, 2002a). En d'autres termes, si les réplicats sont représentatifs, toute variation entre eux sera attribuable à la variation aléatoire des caractéristiques du site.

Il peut être difficile de prélever des échantillons représentatifs, étant donné la nature intrinsèquement hétérogène des caractéristiques du sol et de la distribution des contaminants. L'hétérogénéité spatiale des sols (>50 % de la variation entre des sols semblables s'observe dans un rayon de 1 m) est bien documentée. À cause de cette hétérogénéité, les échantillons de sol volumineux sont généralement plus représentatifs que les petits échantillons (CCME, 1993a). Du fait que les *propriétés du sol* peuvent influer fortement sur la biodisponibilité des contaminants et sur la performance des organismes expérimentaux, l'hétérogénéité du sol peut à son tour influer fortement sur les résultats et la précision des essais biologiques.

Pour prélever des échantillons représentatifs, il faut bien connaître le lieu contaminé visé (la population statistique cible). Et pour pouvoir juger de la représentativité des échantillons à prélever, on doit lister tous les facteurs susceptibles de modifier la réponse biologique mesurée et déterminer dans quelle portion du site l'ensemble de ces facteurs est « homogène ». En plus d'être subjective, la définition de l'homogénéité est fonction du contexte. Dans le cas d'un essai toxicologique, un sol homogène ne provoquerait pas beaucoup plus de variation de la réponse des organismes expérimentaux que : 1) celle tolérée dans un critère d'acceptabilité de l'essai ou 2) celle observée dans un sol de référence apparié correctement. Les échantillons prélevés au hasard dans une portion homogène de sol (et conformément à des protocoles d'échantillonnage physique pertinents) devraient être représentatifs. On peut recourir à diverses stratégies d'échantillonnage (p. ex., l'EASt) pour prélever des échantillons représentatifs lorsque le site présente deux portions homogènes ou plus.

Toutefois, il est possible que, en raison de l'existence de facteurs inconnus dans une zone d'échantillonnage « homogène », les données soient caractéristiques d'un mélange de populations statistiques. Dans un tel cas, les échantillons ne sont pas représentatifs. La marche à suivre pour déterminer si on est en présence de mélanges de populations statistiques dépasse la portée du présent document, mais certaines règles empiriques très générales sont présentées ci-dessous. Les lecteurs devraient consulter un statisticien si un ensemble d'échantillons semble représenter plus d'une population statistique.



[1] Inutile si des données géospatiales sur les contaminants préoccupants sont disponibles.
[2] Suppose que la relation entre les facteurs modifiant la toxicité de contaminants donnés et les paramètres de mesure est connue.
[3] Exige une corrélation démontrable avec les paramètres de mesure des essais biologiques définitifs.

Figure 1. Relation entre la connaissance du site et les données documentaires

Règles empiriques pour déterminer si on est en présence de populations statistiques multiples :

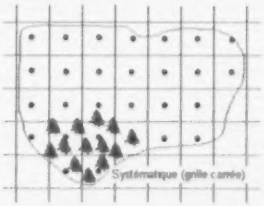
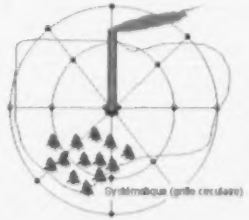
- Si le *coefficient de variation* de la réponse à un essai biologique est de >100 %, il est probable que les données s'appliquent à deux populations ou groupes statistiques distincts.
- Des changements abrupts dans la fonction de distribution cumulative empirique[12] indiquent habituellement qu'on est en présence de populations statistiques distinctes.
- Dans un ensemble de données sur un paramètre biologique particulier, si des observations s'écartent de la plage définie par la moyenne ± 3 ET, on est peut-être en présence de populations statistiques distinctes.

Il est important de souligner qu'un échantillon par ailleurs représentatif peut ne pas être caractéristique du site si les méthodes d'échantillonnage physique ou les méthodes analytiques/indirectes induisent un biais et/ou une imprécision. C'est pourquoi des conseils sur l'application de méthodes pertinentes d'échantillonnage physique aux fins d'évaluations biologiques sont fournis en 3.6 et 6.1.1. Il est recommandé de prévoir, dans les plans d'étude et d'échantillonnage, le prélèvement et l'analyse d'échantillons fractionnés (v. 3.3.11.2) afin de s'assurer de la représentativité des échantillons. Soulignons toutefois qu'une analyse satisfaisante d'échantillons fractionnés n'exclurait pas la possibilité que ceux-ci soient non représentatifs, et ce, à cause de facteurs en lien avec le site d'étude.

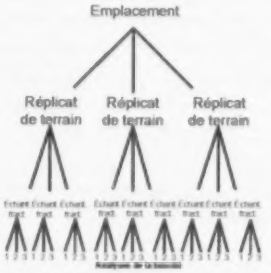
[12] Une fonction de distribution de probabilités empirique peut être assimilée à un histogramme lissé de fréquence des réponses. La distribution en forme de cloche (distribution normale) est un exemple de fonction de distribution, laquelle peut servir à estimer les probabilités. Si celles-ci sont cumulées, leur somme est égale à 1; lorsqu'on les porte sur un graphique, on obtient une fonction de distribution cumulative sous forme de courbe sigmoïdale avec asymptote horizontale à 1 pour une distribution normale. La plupart des progiciels peuvent produire une fonction de distribution cumulative empirique (par opposition à théorique, étant donné qu'elle se fonde sur des données).

Tableau 7. Stratégies d'échantillonnage et critères de sélection applicables à l'évaluation de la toxicité d'un sol contaminé

Stratégie	Objectifs de l'étude	Critères de sélection/ connaissance du site	Description de la stratégie		Observations	Références
Non probabiliste						
Échantillonnage opportuniste	Étude préliminaire	Site difficile d'accès; contrainte de temps	Emplacements choisis sans plan prédéterminé		Devrait être effectué par du personnel expérimenté; non recommandé	Paetz et Wilke, 2005
Échantillonnage ciblé	Présélection de sites; échantillonnage urgent; échantillonnage de points chauds	Contraintes budgétaires ou de temps; existence de renseignements fiables sur le site; site relativement petit; petit nombre d'échantillons à prélever	Choix des emplacements fondé sur le jugement professionnel et/ou sur des données historiques		Impossible de mesurer le niveau d'incertitude de l'échantillonnage; aucune inférence statistique possible	Mason, 1992; ISO, 2002a, 2003a, 2005b, 2006d; USEPA, 2002a; Paetz et Wilke, 2005
Probabiliste						
Échantillonnage aléatoire simple	Présélection de sites; détermination de la toxicité moyenne du site; comparaison avec un site de référence ou des critères réglementaires; évaluation de l'assainissement	Site relativement uniforme; peu d'information disponible	Lieux d'échantillonnage choisis de façon à ce que chacun des échantillons de chacun des emplacements ait une chance égale d'être prélevé		Stratégie la plus simple mais la moins efficace; à la base de nombreuses autres stratégies; absence de biais; points d'échantillonnage pas nécessairement répartis également dans l'ensemble du site	Cochran, 1977; Mason, 1992; Thompson, 1992; ISO, 2002a, 2003a, 2005b, 2006d; USEPA, 2002a; Paetz et Wilke, 2005

Stratégie	Objectifs de l'étude	Critères de sélection/ connaissance du site	Description de la stratégie	Observations	Références
Échantillonnage aléatoire stratifié	Détermination de la toxicité moyenne du site; échantillonnage le long d'un gradient de concentration (les concentrations peuvent être des strates); comparaison avec un site de référence ou des critères réglementaires; détermination de l'influence du sol ou du type d'habitat sur la toxicité; évaluation de l'assainissement	Strates bien définies (connaissances du site moyennes à approfondies); variation à l'intérieur des strates présumée inférieure à celle entre les strates	Échantillons prélevés dans des zones discrètes choisies (strates) (p. ex., type de sol, relief, couvert végétal); échantillons pouvant être prélevés de façon aléatoire ou systématique dans les strates	Stratégie plus efficace et plus précise que l'échantillonnage aléatoire simple; échantillons plus représentatifs; échantillons fournissant plus d'information, surtout si les variables du sol sont corrélées avec la toxicité et/ou la biodisponibilité; possibilité d'obtenir de l'information sur le risque pour les récepteurs écologiques en fonction de l'habitat	Cochran, 1977; Mason, 1992; Thompson, 1992; ISO, 2002a, 2003a, 2005b, 2006d; USEPA, 2002a; Pactz et Wilke, 2005
Échantillonnage systématique en grille	Présélection de sites; relevé des points chauds; production d'une carte sur la toxicité du sol (délimitation des zones selon l'importance des effets biologiques); détermination de la toxicité moyenne du site; comparaison avec un site de référence ou des critères réglementaires; évaluation de l'assainissement; surveillance à long terme	Aucune information sur le site; détermination de la toxicité *in situ*; détermination du profil/de l'étendue de la toxicité suspectée (connaissances du site moyennes à approfondies); but ultime : carte de la toxicité du sol	Échantillons prélevés dans l'ensemble du site selon un quadrillage régulier; emplacement de départ et orientation du quadrillage choisis au hasard; grille carrée, triangulaire, circulaire, etc.  	Stratégie pratique; précision; couverture uniforme; bonne stratégie de départ pour l'utilisation de méthodes géostatistiques comme le krigeage pour établir des cartes de la toxicité; il faut prendre soin d'utiliser les bonnes formules	Iachan, 1982; Bellhouse et Sutradhar, 1988; Mason, 1992; ISO, 2002a, 2003a, 2005b, 2006b; USEPA, 2002a; Pactz et Wilke, 2005

Stratégie	Objectifs de l'étude	Critères de sélection/ connaissance du site	Description de la stratégie	Observations	Références
Échantillonnage systématique bidirectionnel le long de transects	Échantillonnage le long d'un gradient de concentration; comparaison avec un site de référence; production d'une carte de la toxicité (délimitation des zones selon l'importance des effets biologiques); surveillance à long terme	Connaissances moyennes à approfondies du site; échantillonnage souhaitable le long du panache de contaminants	Échantillons prélevés à intervalles réguliers, un axe de la grille étant parallèle à l'axe du panache de contaminants	Stratégie pratique; précision; utile pour évaluer la toxicité selon un plan de régression; permet d'utiliser des méthodes géostatistiques pour établir une carte de la toxicité du sol	Mason, 1992; USEPA, 2002a
Échantillonnage systématique unidirectionnel le long d'un transect	Échantillonnage le long d'un gradient de concentration; comparaison avec un site de référence; surveillance à long terme	Connaissances moyennes à approfondies du site; échantillonnage souhaitable le long du panache de contaminants	Échantillons prélevés à intervalles réguliers, parallèlement à l'axe du panache de contaminants	Pratique; rentable; se prête à l'évaluation de la toxicité selon un plan de régression	Spurgeon *et coll.*, 2004; ISO, 2006c
Échantillonnage en grappes adaptatif	Échantillonnage des points chauds; évaluation préalable du site; délimitation des zones selon l'importance des effets biologiques	Peu d'information sur le site; certains renseignements relatifs aux zones ou aux gradients de contaminants préoccupants ou aux facteurs modifiant la toxicité	Choix probabiliste du point d'échantillonnage initial, puis prélèvements en des emplacements adjacents selon des règles de sélection prédéterminées	Stratégie pouvant être coûteuse si des essais toxicologiques définitifs sont exécutés et/ou si l'exécution des essais est lente	Thompson, 1992; USEPA, 2002a

Stratégie	Objectifs de l'étude	Critères de sélection/ connaissance du site	Description de la stratégie		Observations	Références
Échantillonnage emboîté	Peut être utilisé avec toute autre stratégie d'échantillonnage ou selon les objectifs de l'étude	Peut servir à repérer les sources de variation (p. ex., emplacement, réplicat, préparation, essai)	Échantillons multiples prélevés à chaque emplacement (réplicat de terrain); chaque réplicat de terrain est subdivisé (échantillon fractionné); chaque échantillon fractionné est mis à l'essai en tant qu'échantillon de laboratoire; chaque échantillon de laboratoire est subdivisé en réplicat de laboratoire		Stratégie fournissant des renseignements sur les composantes de la variance dans une étude; réplicats de laboratoire aux fins d'essais toxicologiques pouvant provenir de n'importe quel niveau, selon les objectifs et le budget de l'étude	Mason, 1992
Probabiliste + non probabiliste						
Échantillonnage d'ensembles ordonnés	Détermination de la toxicité moyenne du site; comparaison avec un site de référence ou des critères réglementaires	À utiliser lorsque le coût des analyses est élevé par rapport à une méthode précise d'attribution de rangs; certains renseignements relatifs aux zones ou aux gradients de contaminants préoccupants ou aux facteurs modifiant la toxicité	Utilisation d'un ensemble d'échantillons ordonnés couvrant toutes les conditions du site pour évaluer la toxicité		Stratégie plus précise que l'échantillonnage aléatoire comptant le même nombre d'échantillons; coût de l'attribution de rangs *in situ* susceptible d'être élevé	USEPA, 2002a

Les méthodes d'essai sur la toxicité d'un sol (p. ex., EC, 2004a, 2005a, 2007a) renferment des indications sur la façon d'obtenir, à partir d'un échantillon de sol, une réponse biologique précise sans biais.

3.3.6 Utilisation de la géostatistique dans l'échantillonnage d'un sol contaminé aux fins d'essais biologiques

On peut utiliser des méthodes géostatistiques pour concevoir des modèles spatiaux permettant :

a) de produire des cartes stochastiques d'isolignes des réponses biologiques observées dans un lieu contaminé (cartes de toxicité du sol);

b) de faire des prédictions quant à la réponse biologique à des emplacements non échantillonnés;

c) de vérifier les hypothèses élaborées en regard d'objectifs précis de l'étude[13].

Les modèles géostatistiques sont particulièrement utiles du fait qu'ils tiennent compte de la variation et qu'ils se prêtent à des tests d'hypothèse et à des prédictions assorties d'intervalles de confiance. On peut se servir d'outils géostatistiques pour concevoir des stratégies d'échantillonnage et analyser les données tirées des échantillons de sol (Mason, 1992).

Les données géostatistiques sont des données recueillies à des emplacements discrets et continus dans l'espace. Il peut s'agir, par exemple, des concentrations d'un contaminant présent dans le sol, ou encore de la réponse d'organismes à un essai toxicologique sur un échantillon de sol provenant d'un emplacement précis. Les mesures effectuées à un endroit peuvent être corrélées avec les observations effectuées à proximité de celui-ci, et on obtient alors ce qu'il est convenu d'appeler une distribution à petite échelle. Les observations pouvant varier selon la superficie prise en considération, la distribution à grande échelle permet d'établir des tendances.

L'analyse des données géostatistiques tient compte de ces deux échelles de variation (Matheron, 1963). Les modèles géostatistiques les plus simples (ou équations) décrivent ces distributions en tenant compte de la variation tant à petite échelle (corrélations) qu'à grande échelle (tendances), et ce, en fonction de l'emplacement et, parfois, d'autres variables indépendantes. On trouvera une description de divers outils géostatistiques dans Ripley (1981), Isaaks et Srivastava (1989) et Cressie (1993).

Lorsque les échantillons de sol d'essai proviennent d'emplacements rapprochés, les réponses biologiques peuvent présenter plus de similitude que si ces emplacements étaient éloignés, étant donné que les propriétés du sol et les niveaux de contamination varient moins entre des points d'échantillonnage adjacents. C'est cette corrélation qui soulève la plus grande difficulté dans les analyses basées sur des schémas expérimentaux[14]. Toutefois, on procède généralement à une modélisation géostatistique lorsqu'on souhaite « décrire » les observations corrélées en regard d'une superficie donnée. Ainsi, après avoir choisi un plan d'échantillonnage et recueilli des données, on procède à une modélisation géostatistique en commençant par examiner la corrélation entre les observations (mesures d'une variable spatiale, comme la contamination ou la toxicité du sol) séparées par une certaine distance, dans le but éventuel de prédire la réponse biologique à des emplacements où aucune mesure n'a été effectuée.

3.3.6.1 Mise en corrélation et variogrammes

Il faut bien comprendre ce qu'est une corrélation pour bien comprendre la géostatistique. Voici une analyse de la corrélation en lien avec un outil de la géostatistique, le variogramme.

Imaginons que des échantillons sont prélevés en fonction d'un quadrillage. Il faut d'abord estimer la corrélation entre toutes les paires d'observations distantes d'un carré de quadrillage, puis celle entre toutes les paires d'observations distantes de deux carrés, etc. On porte ensuite la plage des corrélations sur l'axe des ordonnées d'un diagramme et la distance (entre les carrés de quadrillage), sur l'axe des abscisses. On obtient ainsi un corrélogramme (empirique). Celui illustré à la figure 2 (variogramme hypothétique) montre que la corrélation entre les

---

[13] Il convient de souligner que des hypothèses courantes, comme celles où on suppose que les moyennes obtenues pour un site de référence et un lieu contaminé sont semblables, font généralement appel à une approche fondée sur un schéma expérimental d'échantillonnage. Ce schéma (p. ex., comparaison de deux moyennes) influe fortement sur le type de stratégie d'échantillonnage choisi. On trouvera en 3.3.5 des exemples de différentes stratégies d'échantillonnage, de même que les divers schémas expérimentaux connexes à ces stratégies.

[14] Ces analyses partent généralement de l'hypothèse selon laquelle les observations sont indépendantes les unes des autres.

observations distantes d'un carré de quadrillage est très élevée. Par contre, celle entre quatre carrés ou plus est très basse et devient nulle après six carrés ou plus.

Plutôt que d'utiliser des corrélations, les géostatisticiens emploient, pour des raisons historiques, la covariance entre les observations pour construire des variogrammes. Un variogramme décrit la covariance entre des observations séparées par une distance donnée. On s'en sert pour évaluer des hypothèses au sujet des données tirées du site d'étude et pour mieux comprendre les réponses biologiques (géospatiales) *in situ*. Un variogramme hypothétique peut indiquer :

- la présence ou l'absence de tendances spatiales dans les réponses biologiques;
- le degré de corrélation entre des observations et des distances données (cette information est utile lorsque l'évaluation d'un site se fonde sur l'hypothèse selon laquelle les observations ne sont pas corrélées);
- l'hétérogénéité des réponses biologiques pour l'ensemble du site.

Le choix et l'ajustement d'un variogramme constituent la première étape de la construction d'un modèle décrivant la variable d'intérêt (p. ex., une réponse biologique) dans un contexte spatial ou géoréférencé. On trouvera à l'annexe D une analyse plus détaillée de la construction et du choix des variogrammes. Les lecteurs intéressés à utiliser la géostatistique dans l'évaluation d'un lieu contaminé devraient consulter cette annexe.

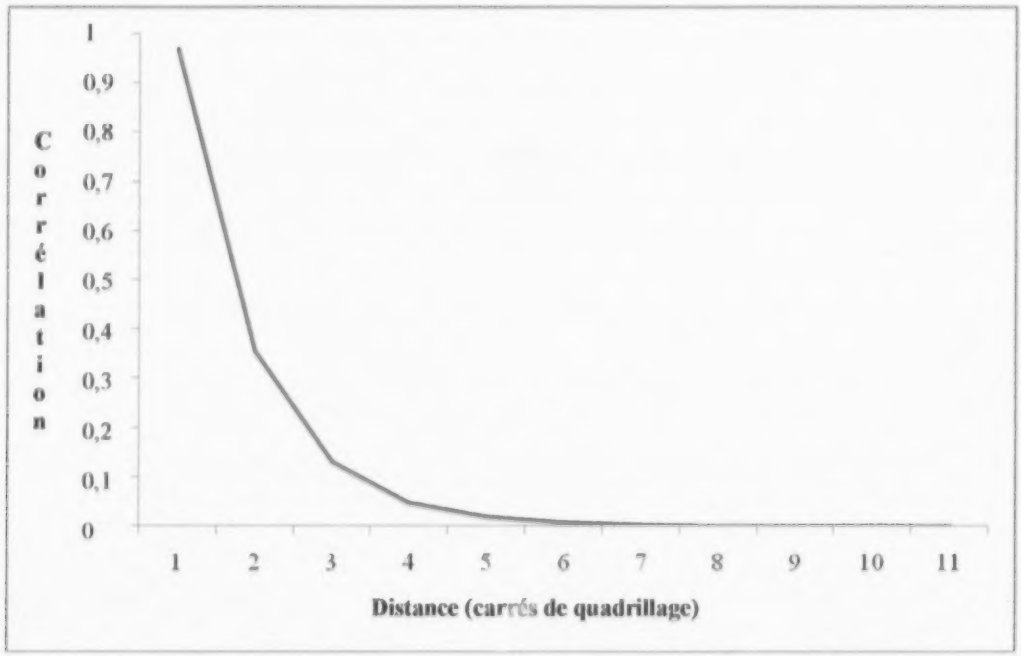


Figure 2. Variogramme hypothétique

3.3.6.2 Krigeage

Après avoir modélisé, à l'aide d'un variogramme, la corrélation entre les observations effectuées sur des lieux adjacents, on utilise une méthode d'interpolation appelée krigeage afin de prédire la variable d'intérêt (p. ex., réponse biologique) dans un lieu où aucun échantillonnage n'a été effectué (ni, donc, aucun essai). Le krigeage est beaucoup plus complexe que les méthodes purement mathématiques — celles-ci permettent également de faire des prédictions en regard d'observations non mesurées (la pondération inverse de la distance est une méthode courante) — du fait qu'il incorpore la structure de la covariance de la fonction aléatoire (le variogramme), et il est « idéal » parce qu'il réduit au minimum la somme moyenne des résidus quadratiques (l'erreur quadratique moyenne)[15].

Le krigeage permet des interpolations entre des observations adjacentes en attribuant un poids aux observations mesurées; certaines observations influent plus (ont plus de poids) que d'autres sur une valeur prévue. Grâce au krigeage, on peut établir des poids pour réduire au minimum l'erreur quadratique moyenne, tout en tenant compte de la structure de corrélation entre les observations.

Le **krigeage ordinaire** suppose que la moyenne des réponses biologiques est constante pour toute la zone échantillonnée et que la corrélation entre les mesures à des emplacements donnés peut être décrite au moyen d'un modèle de corrélation (le variogramme). Si les réponses biologiques présentent une tendance, cela signifie que leur moyenne varie dans la zone échantillonnée. Dans un tel cas, on ne devrait pas recourir au krigeage ordinaire.

Le **krigeage universel** peut être utilisé quand on est en présence de tendances. Celles-ci sont ajustées à l'aide de polynômes, de sorte qu'on peut tenir compte de tendances linéaires, quadratiques, cubiques et d'ordre supérieur[16]. Avec le krigeage universel, il est possible d'estimer simultanément les paramètres du modèle de tendances et les poids définis dans le contexte du krigeage ordinaire.

Lorsqu'on a besoin d'estimations de la réponse moyenne dans une zone donnée, on peut recourir au **krigeage par bloc**. Selon Mason (1992), le krigeage par bloc peut convenir lorsqu'une « unité d'assainissement » constitue un bloc.

3.3.6.3 Choix de la stratégie d'échantillonnage aux fins de l'analyse géostatistique

Si un site doit faire l'objet d'une analyse géostatistique, le choix de la stratégie d'échantillonnage se fonde sur les valeurs à estimer, la méthode d'estimation et les critères utilisés pour évaluer l'optimalité de la stratégie. Ces critères sont les suivants : sur le plan statistique, c'est habituellement le rapprochement avec un paramètre inconnu; sur le plan des coûts, c'est le maintien d'un coût minimum ou le respect d'un coût plafond.

Pour échantillonner un sol contaminé en vue d'établir par krigeage la variation moyenne minimale ou maximale[17] de l'ensemble d'un site, une grille hexagonale d'échantillonnage systématique constitue le choix optimal (Olea, 1984). Cette grille convient si la direction n'influe pas sur la fonction décrivant la corrélation entre les observations. Par contre, dans le cas d'un sol contaminé où des facteurs comme la pente ou la *texture du sol* peuvent induire des corrélations directionnelles, elle n'est pas idéale.

Yfantis et coll. (1987) ont fait des recherches sur les formes de grille (ou de quadrillage) selon une structure de corrélation[18] différente de celle d'Olea (1984). Ils ont conclu, à partir des mêmes critères qu'Olea, qu'une grille triangulaire équilatérale était légèrement plus efficace qu'une grille rectangulaire, mais qu'une grille hexagonale était encore plus efficace que ces deux dernières lorsque la variation à petite échelle est élevée par rapport à la variation globale et que la distance entre les points d'échantillonnage s'approche de celle où les observations sont fonctionnellement non corrélées.

McArthur (1987) a simulé la dispersion gaussienne bidimensionnelle d'un polluant et conclu que l'EASt était idéal pour estimer la concentration moyenne

---

[15] Les estimations par krigeage constituent les meilleures estimations linéaires sans biais.

[16] Il faut prendre garde de ne pas surajuster une tendance à l'aide de polynômes d'ordre supérieur. On utilise rarement des polynômes d'ordre supérieur à 3 pour décrire des tendances.

[17] Il convient de souligner qu'une variance est associée aux prédictions faites par krigeage (p. ex., le résultat d'un essai toxicologique pour un emplacement quelconque). La moyenne des prédictions, ou la variance moyenne pour la superficie en cause, est le critère auquel on se réfère ici.

[18] Olea (1984) a utilisé un semi-variogramme linéaire, tandis qu'Yfantis et coll. (1987) ont employé un variogramme sphérique.

d'un polluant à l'échelle locale. Les strates prennent la forme d'anneaux concentriques, et une grille plus fine est utilisée dans les zones où les concentrations de contaminants sont plus élevées. Avant d'appliquer ce type de plan d'échantillonnage, il faut savoir où se trouve le contaminant et connaître sa distribution.

3.3.6.4 Utilisation d'outils géostatistiques dans la conception de plans d'échantillonnage

On peut utiliser des outils géostatistiques pour concevoir des plans d'échantillonnage. Par exemple, il est courant de combiner un plan d'échantillonnage en deux étapes et des stratégies d'échantillonnage géostatistiques comprenant un levé initial pour recueillir des données de base au moyen d'une grille radiale (échantillonnage systématique). Ces données servent à établir le variogramme définissant la distance sur laquelle les échantillons sont représentatifs, de même que l'orientation de la structure de corrélation d'un panache de contamination. On utilise ensuite le variogramme pour déterminer la forme, la taille et l'orientation d'une autre grille d'échantillonnage systématique sur laquelle se fondera le second échantillonnage (définitif). On applique ensuite aux données un krigeage ponctuel ou, préférablement un krigeage par bloc, afin d'interpoler les valeurs entre les points échantillonnés en vue d'estimer chaque bloc de la zone échantillonnée (Mason, 1992).

On peut se servir d'outils géostatistiques comme le krigeage pour produire des cartes stochastiques d'isolignes des contaminants, des propriétés ou de la toxicité d'un sol (sections D.1 et D.2 de l'annexe D; Thomas et coll., 1986; Fränzle et Kuhnt, 1994). De telles cartes peuvent être très utiles pour orienter l'échantillonnage sur lequel se fondera l'évaluation de la toxicité d'un sol. Toutefois, le jugement professionnel et les observations sur le terrain peuvent constituer un outil tout aussi valable pour concevoir un plan d'échantillonnage (p. ex., les portions dépourvues de végétation pourraient indiquer une plus grande biodisponibilité des contaminants, sans nécessairement correspondre aux zones fortement contaminées relevées sur une carte produite au moyen de la géostatistique) et devraient être combinés aux méthodes géostatistiques.

Avantages des cartes stochastiques d'isolignes produites à l'aide de la géostatistique :

- peuvent être utiles pour orienter les activités d'assainissement ou affiner les analyses de l'exposition et du risque dans une évaluation du risque d'un lieu donné, en particulier lorsqu'un mélange connu ou inconnu de composés contamine celui-ci;
- peuvent servir à produire des estimations ponctuelles ou par bloc;
- tiennent compte adéquatement de la corrélation spatiale;
- tiennent compte adéquatement de l'échantillonnage ciblé ou à l'aveuglette;
- pourraient[19] remplacer un échantillonnage stratifié si la distance entre les observations est inférieure aux dimensions de la strate.

Inconvénient :

- il faut souvent prélever un grand nombre d'échantillons (ISO, 2005b).

Les méthodes géostatistiques comme celles décrites ci-dessus constituent des outils précieux pour définir la variation spatiale de la contamination, mais il est recommandé de faire appel à un géostatisticien qualifié pour s'assurer que les données produites sont valables (Mason, 1992). Comme il est indiqué plus haut, on trouvera une description détaillée des techniques géostatistiques dans Ripley (1981), Isaaks et Srivastava (1989) et Cressie (1993).

Les lecteurs qui souhaitent appliquer des méthodes géostatistiques à l'évaluation de lieux contaminés devraient d'abord consulter la section D.1 de l'annexe D, qui décrit la façon de construire, d'ajuster et de choisir un variogramme. Ils devraient ensuite consulter la section D.2, qui présente une étude de cas sur l'emploi de méthodes géostatistiques, de même que des exemples sur la préparation et l'utilisation d'une surface krigée pour interpréter les données sur les réponses biologiques connexes à un lieu contaminé.

3.3.7 Échantillonnage d'un amas de déchets

Les indications fournies en 3.3.5 concernant l'échantillonnage du sol aux fins d'essais biologiques s'appliquent aussi, en général, à l'échantillonnage

---

[19] La mesure dans laquelle le krigeage peut remplacer l'échantillonnage stratifié dépend de l'objectif poursuivi. Les plans d'échantillonnage stratifié sont souvent conçus pour que le nombre d'échantillons provenant d'une strate soit suffisamment élevé pour permettre de détecter un changement présentant un intérêt.

d'amas de déchets. Toutefois, il faudrait tenir compte de certains éléments propres à ce type d'échantillonnage, dont les suivants :

- l'historique de l'amas de déchets [p. ex., origine, âge, hétérogénéité, méthodes de gestion des déchets (ASTM, 2006c; ISO, 2006d)];
- les attributs physiques de l'amas de déchets, y compris sa taille, sa forme et ses caractéristiques (p. ex., composition granulométrique, *teneur en humidité*), son accès et sa stabilité (compacité) (ASTM, 2006c; ISO, 2006d; US Navy, 2009);
- la stabilité chimique de l'amas de déchets (NJDEP, 2005; ASTM, 2006c; US Navy, 2009);
- les interactions entre les portions hétérogènes et la stabilité chimique de l'amas de déchets (NJDEP, 2005; US Navy, 2009);
- les exigences des autorités législatives et réglementaires quant au nombre d'échantillons à prélever proportionnellement au volume de l'amas de déchets (NJDEP, 2005; ASTM, 2006c; US Navy, 2009);
- selon les objectifs de l'étude, il pourrait être souhaitable ou nécessaire d'échantillonner le milieu environnant afin d'évaluer les effets possibles du stockage des déchets (ASTM, 2006c).

Dès les premières étapes de la planification et bien avant de procéder à l'échantillonnage d'un amas de déchets, il est important, tout comme dans le cas de l'échantillonnage du sol d'un lieu contaminé, de définir soigneusement les objectifs de l'étude (sous-section 3.2; ASTM, 2006c; ISO, 2006d; US Navy, 2009) et les OQD, y compris les niveaux acceptables d'erreur de décision (sous-sections 3.3.1 et 3.3.5.1, respectivement; ASTM, 2006c).

La présente sous-section ne renferme pas de lignes directrices normatives pour le prélèvement de sol dans des amas de déchets, étant donné que les caractéristiques de chaque amas influent fortement sur la stratégie d'échantillonnage convenant le mieux. Toutefois, comme pour les lieux contaminés, il est recommandé d'utiliser des stratégies d'échantillonnage probabiliste (ASTM, 2006c; ISO, 2006d; US Navy, 2009) afin de prélever des échantillons représentatifs et de limiter et quantifier l'incertitude (v. 3.3.5). Même si certains ouvrages de référence renferment des indications générales sur l'utilisation de certaines de ces stratégies [(p. ex., échantillonnage aléatoire simple, stratifié ou systématique en grille (USEPA, 2002a, 2006; ASTM, 2006c; ISO, 2006d), échantillonnage d'ensembles ordonnés ou séquentiel (USEPA, 2002a, 2006) et échantillonnage en grappes adaptatif (USEPA, 2006)], tous reconnaissent qu'il est impossible de fournir des lignes directrices normatives pour l'échantillonnage de tous les types d'amas de déchets.

Peu importe la stratégie retenue, la procédure d'échantillonnage pourrait être hiérarchique. En l'absence de suffisamment d'information pour caractériser un amas de déchets ou pour vérifier sa caractérisation, il pourrait être justifié de procéder à une première ronde d'échantillonnage en vue d'analyser les déchets. Si la réponse biologique aux essais sur les échantillons révèle le dépassement d'un seuil d'intervention ou d'un critère prédéterminé, il faudra peut-être procéder à une évaluation supplémentaire, selon les objectifs de l'étude (NJDEP, 2005).

Toute stratégie d'échantillonnage doit tenir compte des objectifs de l'étude, qu'il s'agisse d'une évaluation biologique à l'appui de l'assainissement du site, d'une évaluation du risque ou d'un réemploi (ISO, 2007c), de même que du coût et du niveau souhaité de rigueur. Lorsque plus d'un analyte[20] est en cause, la stratégie d'échantillonnage devrait être établie en fonction des analytes qui soulèvent le plus grand intérêt. Si les exigences entourant l'échantillonnage défendable d'un analyte sont incompatibles avec celles fixées pour un autre analyte, il pourrait être nécessaire d'établir une stratégie distincte pour chaque analyte (ISO, 2006d).

La détermination du volume d'un amas de déchets qu'un échantillon peut représenter est propre à l'échantillonnage des amas de déchets. Chaque amas est unique en raison de son hétérogénéité. Diverses raisons expliquent cette hétérogénéité (p. ex., la façon dont l'amas a été constitué, le motif de sa constitution, la source des déchets), ce qui a mené au principe proactif selon lequel un échantillon ne peut représenter qu'un volume limité d'un amas de déchets. Selon la sphère de compétence, des exigences réglementaires peuvent s'appliquer au nombre d'échantillons à prélever en fonction du volume de déchets homogènes aux fins de la caractérisation chimique du sol (METP-CB, 1995; NJDEP, 2005). Pour le moment, il n'existe aucune

[20] Paramètre de mesure d'un essai toxicologique *ou* espèce chimique d'intérêt.

exigence connue quant au nombre d'échantillons à prélever en fonction du volume de l'amas de déchets aux fins d'une évaluation biologique.

Un autre facteur est étroitement relié à celui qui précède, soit l'obtention d'un échantillon représentatif. Encore une fois, c'est l'hétérogénéité des amas de déchets qui est en cause. Comme il est indiqué en 3.3.5.8, il est important que les échantillons destinés à des essais biologiques soient représentatifs de la population statistique d'intérêt. Dans le cas présent, il s'agit de l'amas de déchets faisant l'objet de l'évaluation. En règle générale, l'effort d'échantillonnage est fonction du degré d'hétérogénéité de l'amas de déchets (ASTM, 2006c). Même s'il semble que l'échantillonnage aléatoire d'un amas de déchets engloberait un échantillon représentatif, les diverses autorités en matière d'échantillonnage d'amas de déchets (METP-CB, 1995; USEPA, 2002a; NJDEP, 2005; ASTM, 2006c; ISO, 2006d; US Navy, 2009) ne prescrivent aucune stratégie précise d'échantillonnage en raison du caractère unique de chaque amas de déchets. Les indications fournies en 3.3.5.8 pour le prélèvement d'échantillons représentatifs s'appliquent aux amas de déchets; elles incluent les facteurs à prendre en considération lorsqu'on soupçonne que les échantillons prélevés ne sont pas représentatifs. Comme pour les lieux contaminés, il est recommandé de prélever et d'analyser des échantillons fractionnés (v. 3.3.11.2).

3.3.8 Délimitation des lieux d'échantillonnage

Une fois la stratégie d'échantillonnage choisie, il est important de repérer et de délimiter précisément les lieux d'échantillonnage. Pour déterminer les coordonnées spatiales d'un lieu d'échantillonnage, on a recours le plus souvent au GPS [soit les coordonnées Est et Nord en UTM (projection de Mercator transverse), soit les coordonnées latitudinales ou longitudinales; précision de ± 1 m dans les deux cas]; on peut aussi utiliser une grille alphanumérique ou les distances séparant des repères terrestres (USEPA, 2006). Les lieux d'échantillonnage sont ensuite reportés sur des cartes topographiques. Des cartes d'isolignes des concentrations et/ou de la toxicité d'un sol peuvent aussi être utilisées.

Une fois sur place, les chercheurs peuvent s'orienter grâce aux unités GPS (qu'on peut se procurer facilement auprès de fournisseurs de matériel d'échantillonnage sur le terrain) assorties des coordonnées téléchargées des points d'échantillonnage. On devrait aussi utiliser des cartes indiquant les points d'échantillonnage pour confirmer l'emplacement de ceux-ci; il est facile de reporter électroniquement les coordonnées GPS sur un ou plusieurs types de cartes. Les lieux d'échantillonnage devraient être repérés à l'avance au moyen de drapeaux, de piquets de couleur ou d'autres marqueurs. Il serait indiqué de prendre des photographies avant, pendant et après l'échantillonnage, de même que de dresser un croquis cartographique comportant tous les renseignements pertinents. Les photographies et le croquis devraient inclure une échelle et un marqueur de direction. On devrait consigner l'emplacement horizontal et vertical des lieux d'échantillonnage et procéder à un levé exact *après* le prélèvement des échantillons (Pactz et Wilke, 2005).

S'il faut déplacer un point d'échantillonnage à cause d'un obstacle imprévu (p. ex., grosses pierres, arbres ou débris), on doit procéder selon les plans de rechange préétablis (inclus dans le plan d'échantillonnage; v. 3.4). À défaut de tels plans, il faut prendre des décisions improvisées *in situ*, ce qui peut introduire un biais (ISO, 2002a). Le nouvel emplacement ainsi que la raison du déplacement devraient être consignés dans le rapport d'échantillonnage (ISO, 2006d).

3.3.9 Taille de l'échantillon

Le volume minimal de sol nécessaire à un essai est fonction des objectifs de l'étude, des conditions du site et du type d'essai à exécuter. Le ou les laboratoires d'écotoxicité chargés des essais devraient être consultés dès les premières étapes du processus de planification, idéalement au moment de la conception de l'étude, puis pendant l'échantillonnage. Diverses méthodes d'Environnement Canada (EC, 2004a, 2005a, 2007a) renferment des descriptions de plans d'essai généraux; toutefois, le ou les laboratoires qui exécuteront les essais devraient tout de même être consultés, étant donné qu'ils peuvent fournir des plans d'expérience correspondant aux besoins précis de l'étude (tableau 8).

Il faudrait aussi consulter simultanément le ou les laboratoires qui effectueront les analyses chimiques du sol prélevé aux fins des essais afin de s'assurer que le volume de sol sera suffisant. La quantité de sol à prélever dépend du nombre et du type d'essais inclus dans la batterie d'essais, de même que des éléments suivants :

Tableau 8. Volume minimal de sol en vrac à prélever par échantillon aux fins des essais biologiques

Essai	Volume par échantillon (L)*
Toxicité aiguë, nématodes	0,125
Reproduction, oribates	0,5
Reproduction, acariens prédateurs	0,6
Toxicité aiguë, vers de terre (méthode d'Environnement Canada)	2,0
Comportement d'évitement, vers de terre (méthode d'Environnement Canada)	5,0
Reproduction, vers de terre (méthode d'Environnement Canada)	4,0
Reproduction, enchytrées	0,15
Reproduction, collemboles (méthode d'Environnement Canada)	0,8
Survie et croissance, escargots	0,25
Toxicité aiguë, plantes	1,5
Phytotoxicité (Phytotoxkit^{MC})	0,20
Définitif, plantes (méthode d'Environnement Canada)	3,0
Cycle biologique, plantes	2,4
Respiration microbienne	0,05
Nitrification du sol	0,05
Bandes appâtées	0,25
Profil physiologique de la communauté	0,05
Électrophorèse en gel de gradient dénaturant	0,25
Enzymes du sol	0,05
Analyses physiques/chimiques	
Composition granulométrique	0,25
Capacité de rétention d'eau	0,1
Propriétés chimiques de base (p. ex., COT, CEC, pH, RAS, CE)	0,5
Contaminants organiques	0,25
Contaminants inorganiques (p. ex., métaux)	0,25

* Nota : il s'agit d'exigences génériques minimales pour les essais listés; il convient de consulter les laboratoires d'écotoxicité et d'analyse quant au volume nécessaire pour des projets précis. On devrait prélever un volume excédentaire aux fins des plans de rechange (v. 3.3.9).

a) Le schéma expérimental des essais toxicologiques

- Les exigences relatives aux réplicats dont on a besoin pour un *traitement* (échantillon de sol) diffèrent selon que les échantillons constituent des traitements individuels (p. ex., au moins un échantillon et un sol de référence) ou font l'objet d'essais à concentrations multiples selon un plan de régression (p. ex., un échantillon de sol contaminé dilué avec un sol de référence).

- Si les échantillons de sol contaminé doivent être dilués avec un sol de référence, le volume de chacun peut être nettement plus élevé que celui exigé pour un traitement. La quantité de sol de référence augmentera elle aussi.

- La quantité de sol contaminé et de sol de référence dont on a besoin pour les essais de dilution sont fonction du nombre de traitements de dilution et des concentrations d'exposition (p. ex., si le sol contaminé constitue <50 % des traitements de dilution, la quantité de sol de référence nécessaire sera plus élevée).

- Si les objectifs de l'étude exigent l'exécution d'essais préalables, il faut prélever un volume suffisant de sol pour ces essais et pour les essais définitifs.

- La quantité de sol à prélever est fonction du volume ou de la masse de sol par réplicat et du nombre de réplicats qu'exige la méthode normalisée utilisée.

- Si les réplicats sont constitués de carottes de sol plutôt que de sol en vrac, les quantités requises peuvent varier grandement.

b) Les caractéristiques physiques du sol

- La *masse volumique apparente* (masse de sol par unité de volume, habituellement exprimée en grammes par centimètre cube) peut influer fortement sur la quantité de sol dont on a besoin pour les essais. Dans les essais toxicologiques monospécifiques, le volume (et non la masse) de sol par enceinte expérimentale est d'une importance critique, étant donné qu'il définit la densité des organismes par enceinte.

- Dans le cas des sols dont la masse volumique apparente est élevée (p. ex., sol sableux ou sol subsuperficiel constitué d'argile lourde), on peut avoir besoin d'échantillons plus volumineux que dans le cas de sols dont la masse volumique apparente est basse (p. ex., tourbe ou couche organique d'un sol forestier). Ainsi, dans un essai avec des vers de terre exigeant 270 ml de sol par enceinte expérimentale (d'une capacité de 500 ml), on pourrait avoir besoin de 350 g (poids humide) de sol sableux, mais de seulement 200 g (poids humide) de tourbe.

- La teneur en humidité d'un sol de site au moment du prélèvement peut aussi influer sur la quantité de sol dont on a besoin pour les essais. Habituellement, les recommandations concernant le volume de sol requis se fondent sur le poids sec de sol; en conséquence, si un sol de site est très humide, on devrait prélever un plus important volume de sol que s'il était sec.

- Si le sol de site renferme une quantité appréciable de grosses pierres ou de déchets industriels (>6 cm de diamètre environ), on devrait prélever plus de sol, étant donné que ces matériaux peuvent constituer une portion significative de l'échantillon (ces matériaux sont habituellement tamisés ou enlevés à la main avant les essais).

- Si le sol de site renferme une importante quantité de chaume ou de racines, on devrait prélever plus de sol, étant donné que ces matières peuvent constituer une portion significative de l'échantillon (une fois ces matières enlevées, la quantité de sol sera moindre).

c) La distribution du ou des contaminants

Par exemple, si la contamination est attribuable à des dépôts atmosphériques, les concentrations de contaminants seront plus élevées dans les premiers centimètres de sol. Les échantillons volumineux mais peu nombreux prélevés en profondeur (p. ex., 0-30 cm) pour obtenir le volume de sol exigé pour les essais ne représenteront sans doute plus les concentrations *in situ* car, après homogénéisation, les concentrations de contaminants seront diluées. Il serait préférable de prélever de nombreux petits échantillons à des profondeurs correspondant à celle de la contamination (p. ex., 0-5 cm) et de les homogénéiser pour obtenir le volume de sol requis pour les essais (v. aussi 3.3.10.1).

3.3.10 Nombre d'échantillons

Le nombre d'échantillons à prélever est fonction des objectifs de l'étude, des OQD, du degré souhaité de certitude, des exigences en matière d'essai et des facteurs propres au site, comme la distribution des contaminants, l'hétérogénéité du sol, la superficie du site et son homogénéité. Ce nombre constitue souvent un compromis entre les exigences des OQD,

d'une part, et des contraintes pratiques, comme les coûts de l'échantillonnage et des essais, d'autre part (Mason, 1992; EC, 1994; Bélanger et Van Rees, 2008).

Pour calculer le nombre d'échantillons à prélever, on doit tenir compte des points suivants :

- Le degré de certitude exigé pour prendre une décision de gestion fondée sur un échantillon statistique – Lorsqu'un tel échantillon sert de fondement à une décision, deux types d'erreurs risquent de se produire. On parle d'une erreur de type I (α) lorsqu'une hypothèse nulle est rejetée à tort. Par exemple, si l'hypothèse nulle est l'absence d'un « effet » environnemental, la conclusion selon laquelle il y a un tel effet est incorrecte. On parle d'une erreur de type II (β) lorsqu'une hypothèse nulle est acceptée à tort. Par exemple, si l'hypothèse nulle est l'absence d'un « effet » environnemental, la conclusion selon laquelle il n'y a aucun effet est incorrecte. La pratique acceptée au Canada en matière de décision environnementale consiste à établir un taux identique pour les deux types d'erreurs, habituellement <10 %. Il faut noter qu'une puissance statistique précise est souvent prescrite en tant que critère de conformité de l'évaluation d'un lieu. La puissance statistique est égale à 1 – β. Une puissance statistique de ≥90 % est considérée comme raisonnable, mais elle ne doit pas être de <80 %.

- La précision de certaines mesures – La mesure de l'ampleur de l'« effet » en regard d'un degré prédéfini de précision présente parfois un intérêt[21]

Une fois établi le degré de certitude requis pour l'évaluation d'un lieu contaminé, on peut calculer le nombre d'échantillons à prélever. Étant donné que ce calcul exige une certaine estimation de la variation de la réponse, on peut recourir à cette fin à des données préliminaires ou historiques, au jugement professionnel ou au scénario de la pire éventualité.

Le plus souvent, le nombre estimatif d'échantillons à prélever est un compromis entre ce qui est souhaitable et ce qui est réalisable. Si un degré très élevé de certitude est exigé et que la réponse est variable, le nombre d'échantillons pourrait être très élevé lui aussi. Il le serait moins si le degré de certitude était moindre et si la variation de la réponse était moins grande ou pouvait être rajustée grâce à une stratégie d'échantillonnage choisie judicieusement.

Enfin, il importe de tenir compte, dans le calcul du nombre d'échantillons requis, de la nature du changement qui sera considéré comme un effet nocif. Ainsi, certains chercheurs pourraient considérer comme nocif *tout* changement significatif dans la réponse *in situ* par rapport à un témoin, tandis que d'autres pourraient soutenir, par exemple, que l'allongement des racines d'une plante exposée ne constitue pas un effet nocif. Si un changement dans un sens est considéré comme un effet nocif, il faudrait se baser sur un test d'hypothèse unilatéral pour calculer le nombre d'échantillons requis. Il est à noter que la décision quant à ce qui constitue un effet nocif devrait être prise avant d'interpréter les données.

Les réponses aux interrogations concernant la certitude, la précision et ce qui constitue un effet nocif doivent être précisées dans les OQD (v. 3.3.1). Un des scénarios les plus courants applicables aux essais biologiques consiste à déterminer si la valeur moyenne établie pour un lieu contaminé s'écarte grandement de celle d'un site de référence. Afin de déterminer le nombre d'échantillons requis pour atteindre la précision et l'exactitude spécifiées dans les OQD aux fins de la comparaison de deux moyennes, là où les données servant à estimer les moyennes suivent une distribution statistique normale ou gaussienne, on peut employer l'équation générale suivante (pour un test bilatéral) (Mason, 1992) :

$$n \geq 2\,[(Z\alpha + Z\beta) / D]^2 + 0{,}25\, Z^2\alpha \qquad [1]$$

où :

n = nombre d'échantillons;
$Z\alpha$ = statistique Z[22] pour une probabilité d'erreur de type I (p. ex., $\alpha = 0{,}05$);
$Z\beta$ = statistique Z pour une probabilité d'erreur de type II (p. ex., $\beta = 0{,}90$);
D = différence relative minimale décelable/CV.

Il ne s'agit là que d'un exemple général. Les calculs peuvent varier en fonction de la stratégie

[21] Les tables des valeurs Z nécessaires aux calculs de l'équation [1] sont fournies à l'annexe J.

[22] Les tables des valeurs Z nécessaires aux calculs de l'équation [1] sont fournies à l'annexe J.

d'échantillonnage utilisée, de la distribution statistique des données observées, de la présence d'une corrélation spatiale et des questions auxquelles il faut répondre (p. ex., comparaison entre des sites multiples ou entre deux sites). Un bon nombre des équations existantes exigent des données préliminaires sur le site, et on dispose habituellement de telles données lorsqu'on procède à des essais biologiques sur le sol d'un lieu contaminé. L'annexe C renferme des indications plus détaillées sur le calcul du nombre d'échantillons, et ce, à l'aide d'exemples tirés d'études de cas simplifiées comportant différents objectifs d'étude possibles et diverses stratégies d'échantillonnage.

Dès le début d'une étude, il est habituellement utile et rentable de consulter un statisticien pour déterminer la stratégie d'échantillonnage à employer et le nombre d'échantillons à prélever.

3.3.10.1 Échantillons ponctuels, composites et en vrac

Un échantillon ponctuel (aussi appelé prélèvement élémentaire) est une fraction de sol (p. ex., une carotte de sol) prélevée sur un lieu d'échantillonnage au moyen d'un échantillonneur. Un échantillon composite consiste en ≥2 échantillons ponctuels, qui peuvent provenir d'un ou de plusieurs lieux d'échantillonnage. Un échantillon en vrac (ou global) est un échantillon ponctuel relativement volumineux (p. ex., >1 L) constitué de ≥2 fractions de sol prélevées sur un lieu d'échantillonnage, le plus souvent afin de disposer d'un volume suffisant de sol pour les essais biologiqsue. Les échantillons en vrac sont habituellement prélevés par horizon ou à des profondeurs données, dans des parcelles d'une superficie de ≥1 m^2. Même si plus d'un prélèvement (à l'aide d'un carottier, notamment) peut être effectué dans un emplacement discret (comme une parcelle de 1 m^2), c'est le volume total provenant du lieu désigné (p. ex., la totalité de l'*horizon A* d'une parcelle de 1 m^2) qui constitue l'échantillon (EC et SRC, 2007). Diverses études montrent que le regroupement d'échantillons provenant d'emplacements individuels peut donner de bonnes estimations des concentrations réelles de contaminants du sol et des propriétés pédologiques de sols forestiers, qui ont pour caractéristique d'être très hétérogènes (Bélanger et Van Rees, 2008). Lorsqu'on combine plus d'un échantillon en vrac (p. ex., des échantillons provenant de ≥2 lieux d'échantillonnage), on obtient un échantillon composite très volumineux.

La collecte d'échantillons composites permet de réduire la variation des concentrations du ou des contaminants, de même que des caractéristiques du sol soumis à un essai (USEPA, 1993). L'échantillonnage composite convient généralement à des sites où la distribution des contaminants et les propriétés du sol sont homogènes ou, plus souvent, lorsque cette distribution est hétérogène à petite échelle, mais plus homogène à plus grande échelle (ISO, 2005b). On peut regrouper les échantillons ponctuels de l'ensemble d'un site, ou encore constituer des échantillons composites à partir de prélèvements effectués à différents endroits du site (Athey et coll., 1987). Les échantillons composites peuvent être plus représentatifs du site et fournissent souvent une excellente estimation de la concentration moyenne des contaminants des échantillons ponctuels regroupés.

Le principal inconvénient des échantillons composites est qu'ils ne peuvent servir à estimer la variation de la toxicité, à détecter la toxicité de la concentration la plus élevée des contaminants du sol ou à déterminer l'influence de la variation des caractéristiques du sol sur la toxicité (ISO, 2002a). Du fait que les concentrations de contaminants des points chauds risquent d'être diluées lorsqu'on prélève des échantillons composites, les essais sur ces échantillons ne seront pas nécessairement représentatifs du scénario du pire cas ou des points chauds, c'est-à-dire les sols les plus contaminés et, donc, présumés les plus toxiques. La perte de renseignements sur la variation des caractéristiques physiques et chimiques du sol revêt de l'importance, étant donné que ces caractéristiques peuvent influer fortement sur la toxicité du sol. Les évaluateurs et gestionnaires de lieux contaminés devraient savoir que le fait de prélever des échantillons composites peut avoir pour résultat une démarche moins prudente à l'égard de ces lieux et que ce type d'échantillonnage est souvent non souhaitable d'un point de vue réglementaire. En conséquence, ils devraient consulter les organismes de réglementation avant l'échantillonnage. Il est parfois difficile d'homogénéiser des échantillons composites (p. ex., si les sous-échantillons sont humides et argileux) (Hazardous Waste Consultant, 1992; Mason, 1992; CCME, 1993a). Il pourrait être contre-indiqué de prélever des échantillons composites lorsque les échantillons ne doivent pas être perturbés, comme lorsqu'un sol est contaminé par des composés volatils ou est échantillonné pour des études en microcosme sur des carottes de sol intact (USEPA, 1993; ISO, 2002a).

L'approche suivante peut être utilisée pour surmonter certaines des limites de l'échantillonnage composite: si la toxicité d'un échantillon composite est supérieure à un critère prédéfini (p. ex., écart de >25 % par rapport au sol de référence) (ajusté pour la dilution des échantillons ponctuels par suite de leur regroupement), les échantillons ponctuels qui le composent pourraient être mis de nouveau à l'essai séparément (Athey et coll., 1987). Cela suppose, bien sûr, que des sous-échantillons des échantillons ponctuels formant un échantillon composite ont été entreposés avant le regroupement. Cette approche nécessiterait le prélèvement d'un important volume de sol pour un seul échantillon composite. Athey et coll. (1987) proposent la formule suivante pour estimer le nombre maximal d'échantillons ponctuels à regrouper en un échantillon composite :

$$n \leq LD/LAM \qquad [2]$$

où :

- n = nombre maximal d'échantillons ponctuels;
- LD = limite de détection pour les essais biologiques (p. ex., une mesure de la variation dans les échantillons témoins);
- LAM = limite acceptable maximale pour le ou les contaminants (p. ex., le pourcentage d'écart maximal avec le témoin, qui n'est pas censé représenter un effet nocif).

À leur arrivée au laboratoire d'essais, les échantillons de sol perturbé (ponctuels, composites ou en vrac) sont habituellement homogénéisés, puis des sous-échantillons sont soumis à des essais toxicologiques en tant que traitements individuels – en d'autres termes, tous les réplicats proviennent d'un même échantillon. Si un seul échantillon (ponctuel, composite ou en vrac) par site est soumis à des essais, ceux-ci ne fournissent aucune information sur la variation de la toxicité du site (les essais sur des sous-échantillons fournissent des renseignements sur la variation de la réponse des organismes expérimentaux au sol d'un seul échantillon) et on ne peut établir de comparaisons statistiques sur la toxicité du sol de plus d'un site. Par contre, si on soumet plus d'un échantillon (ponctuel, composite ou en vrac) par site à des essais, on peut estimer la variation de la toxicité du site et la comparer à celle d'autres sites.

Plutôt que de prélever de volumineux échantillons ponctuels de sol en vrac et d'en utiliser des sous-échantillons pour les essais, on peut, comme solution de rechange moins coûteuse, prélever de petits échantillons ponctuels dans une fraction de sol du lieu d'échantillonnage. Les échantillons ponctuels peuvent être constitués de sol perturbé (p. ex., prélèvement à l'aide d'un gros carottier, puis transfert dans un sac ou un seau à échantillons qu'on expédiera au laboratoire) ou intact (p. ex., prélèvement à l'aide d'un gros carottier à gaine, extraction de l'échantillon du carottier, fermeture de la gaine et expédition de l'échantillon intact au laboratoire). Chaque petit échantillon ponctuel peut être soumis à un essai en tant que réplicat si son volume est suffisant. Étant donné que les réplicats constituent de vrais réplicats d'échantillons de terrain et qu'ils fournissent de l'information sur la variation de la toxicité *in situ*, cette approche peut réduire considérablement le volume de sol à prélever (étant donné qu'on n'a pas besoin de prélever de multiples échantillons en vrac), tout en permettant de comparer statistiquement la toxicité de nombreux sites. Cette approche présente cependant un inconvénient : la variation intrinsèque de la réponse biologique des organismes expérimentaux peut être élevée (l'utilisation de sous-échantillons réduit cette variation) d'un échantillon ponctuel à l'autre d'un même site, ce qui peut empêcher la détection d'écarts dans la réponse des organismes d'un site à l'autre. Les plans d'échantillonnage et les schémas expérimentaux prévoyant la combinaison d'essais toxicologiques sur des échantillons ponctuels (réplicats de terrain) et des sous-échantillons en vrac ou ponctuels peuvent permettre de surmonter ces difficultés.

3.3.11 Assurance de la qualité et contrôle de la qualité

L'*assurance de la qualité* (AQ) est un système de gestion et d'activités opérationnelles visant à assurer le contrôle adéquat de la qualité des travaux. Le contrôle de la qualité (CQ), qui fait partie de l'assurance de la qualité, comporte des vérifications et étalonnages systématiques dans le cadre d'opérations normales (EC, 1999). Un programme d'AQ/CQ a pour but de cerner, de mesurer et de contrôler les erreurs associées à chaque élément d'une étude, dont la planification, l'échantillonnage, les essais et les rapports. Tout projet d'échantillonnage du sol devrait être assorti d'un tel programme, de même que de plans détaillés. L'assurance de la qualité devrait être axée sur les activités et vérifications suivantes :

- les OQD sont établis;
- la stratégie d'échantillonnage choisie permet de satisfaire aux OQD;
- le plan d'échantillonnage satisfait aux OQD, y compris pour ce qui est de la collecte de suffisamment d'échantillons de sol et de réplicats;
- le sol de référence choisi convient, et ses caractéristiques physiques et chimiques correspondent le plus possible à celles du sol contaminé;
- le prélèvement des échantillons est confié à du personnel qualifié (p. ex., scientifiques en science du sol ou autres personnes expérimentées);
- des formulaires standard sont utilisés pour l'échantillonnage *in situ*;
- les procédures acceptables de manipulation, de préparation et de conditionnement des échantillons sont définies clairement dans le plan d'étude;
- des méthodes d'essai biologique adéquates sont utilisées;
- les laboratoires d'écotoxicité et d'analyse ont acquis de l'expérience et sont accrédités. Il est recommandé de faire appel à des laboratoires accrédités par l'Association canadienne d'accréditation des laboratoires (l'ancienne Association canadienne des laboratoires d'analyse environnementale), le Conseil canadien des normes ou, dans le cas de laboratoires québécois, le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. On s'assurera ainsi que les modes opératoires normalisés et pertinents sont observés, que les procédures d'AQ/CQ sont documentées et que les essais sont exécutés par du personnel qualifié et expérimenté.

Les activités connexes au contrôle de la qualité incluent :

- l'attestation que le plan d'échantillonnage a été observé;
- les écarts par rapport au plan d'échantillonnage sont documentés et les motifs de ces écarts sont fournis;
- les notes de terrain et les observations sont détaillées;
- les échantillons sont prélevés au moyen d'échantillonneurs adéquats et manipulés conformément aux modes opératoires normalisés;
- l'équipement d'échantillonnage est décontaminé adéquatement entre deux sites ou lieux d'échantillonnage;
- l'équipement de terrain personnel et auxiliaire (p. ex., chaussures et récipients) est décontaminé adéquatement entre deux sites ou lieux d'échantillonnage;
- le transport et la réception des échantillons de sol au laboratoire sont adéquats;
- la chaîne de conservation et le transport des échantillons au laboratoire sont bien documentés;
- le laboratoire entrepose, prépare et manipule adéquatement les échantillons;
- les notes et les observations sur l'entreposage, la préparation et la manipulation des échantillons au laboratoire sont détaillées;
- en ce qui concerne l'entreposage, la préparation et la manipulation des échantillons, les écarts par rapport au plan d'étude sont documentés et les motifs de ces écarts sont fournis. Il en va de même pour les essais.

3.3.11.1 Prévention de la contamination croisée

Les échantillonneurs ne devraient pas être constitués d'un matériau qui contaminera les échantillons (p. ex., ils ne devraient pas être peints, plaqués, huilés ou traités chimiquement d'une autre manière) (tableau G.1 de l'annexe G). L'acier inoxydable est habituellement le matériau de choix; le plastique inerte peut convenir dans le cas de sols contaminés par des métaux (ISO, 2002b). Il est essentiel de prévenir la contamination croisée sur le terrain, et l'ampleur des efforts à déployer à cette fin est fonction des caractéristiques du ou des contaminants préoccupants. Il faudrait nettoyer les échantillonneurs avant de changer de site ou de lieu d'échantillonnage et à la fin de l'exercice :

- essuyer, laver ou récurer à fond l'équipement;
- rincer l'équipement avec de l'eau purifiée transportée sur le lieu d'échantillonnage;
- on peut utiliser du savon sans phosphate, mais il faut alors rincer soigneusement l'équipement pour éviter que des résidus de savon contaminent les échantillons;
- si les échantillonneurs doivent servir au prélèvement de sol renfermant des contaminants organiques, rincer l'équipement trois fois avec un solvant (acétone ou hexane) de la qualité appropriée (jeter le solvant contaminé dans un récipient à déchets en vue de son élimination ultérieure,

conformément à la réglementation applicable en matière d'environnement et de déchets)[23], puis sécher l'équipement à l'air;

- rincer l'équipement encore deux fois avec de l'eau purifiée;
- emballer l'équipement dans des sacs en plastique (ou du papier d'aluminium si les contaminants organiques risquent de filtrer à travers les sacs et de provoquer une contamination croisée des échantillonneurs).

Ces procédures de décontamination ne sont pas toutes exigées en regard de chaque scénario d'échantillonnage; celles à utiliser devraient être déterminées en fonction de chaque projet. On peut utiliser des ensembles individuels d'échantillonneurs pour les différents lieux et/ou sites d'échantillonnage afin de réduire le nombre de fois où l'équipement doit être nettoyé (ASTM, 2008a). L'équipement de protection individuelle (EPI) (comme les chaussures) devrait être nettoyé de la même façon et il faudrait prendre garde de ne pas piétiner la surface du point d'échantillonnage. Il convient également de prendre des mesures pour que des *substances* auxiliaires (p. ex., colle, graisse, carburant, fumée d'échappement) ne provoquent une contamination croisée de l'équipement et des échantillons (ISO, 2002b).

3.3.11.2 Réplicats, échantillons fractionnés et échantillons non identifiés

Le nombre de réplicats à prélever est fonction des objectifs de l'étude, du schéma expérimental applicable aux essais biologiques, des contraintes logistiques et budgétaires de l'échantillonnage, du coût du prélèvement, de la préparation et de la manipulation des échantillons, de même que du coût des essais. Il est recommandé de prélever plus d'un échantillon ponctuel, composite ou en vrac dans chaque site afin d'obtenir des renseignements sur la variation de la toxicité ou de la biodisponibilité du ou des contaminants et d'établir des comparaisons statistiques de la toxicité du sol de plus d'un site. Si le temps et la logistique le permettent, on peut aussi prélever plus d'échantillons que nécessaire aux fins des plans de rechange.

On obtient un échantillon fractionné lorsqu'un échantillon ponctuel, composite ou en vrac est divisé en deux parties égales immédiatement après son prélèvement (figure G.5 de l'annexe G). Les deux parties sont manipulées et préparées de la même façon, puis envoyées en tant qu'échantillons individuels au laboratoire d'essais. Ce dernier les soumet aux mêmes analyses (p. ex., un essai biologique), puis compare les résultats obtenus. Les deux parties d'un échantillon fractionné n'étant pas des réplicats, la seule variation acceptable à laquelle on peut s'attendre en regard des résultats obtenus pour chacune a trait aux essais de laboratoire. Si les résultats varient plus que prévu, cela signifie que l'échantillon n'est pas représentatif, que ce soit en raison des techniques physiques de prélèvement ou de la variation du sol au lieu d'échantillonnage (ou, ce qui est peu probable, d'une variation inacceptable des essais eux-mêmes – un examen des données d'AQ/CQ du laboratoire et une discussion avec le personnel peuvent permettre de clarifier ce point).

Un échantillon non identifié soumis à un laboratoire d'essais ne comporte aucune information permettant de l'associer à un lieu précis, à des caractéristiques physiques et chimiques ou encore à la nature ou au degré de contamination du sol. Il s'agit habituellement d'un réplicat ou d'une partie d'échantillon fractionné. Les échantillons non identifiés permettent de s'assurer que les renseignements dont pourrait disposer le laboratoire à leur sujet n'influent pas sur les résultats des essais. Cette pratique est courante dans la caractérisation chimique d'un site, mais on y a recours moins fréquemment lorsque les échantillons sont destinés à des essais biologiques. Cela est dû en partie au fait que le volume de sol et le coût des essais sur des échantillons individuels peuvent être sensiblement plus élevés dans le cas des essais biologiques et que l'interprétation adéquate des résultats de ces essais pourrait être sérieusement entravée. Si des échantillons non identifiés font partie de l'étude, il est recommandé d'en discuter au préalable avec le laboratoire d'essais.

D'autres échantillons d'AQ/CQ, comme les témoins pour le déplacement, les témoins pour l'équipement et les témoins enrichis, de même que les documents de référence, qui sont tous largement utilisés pour la caractérisation chimique des lieux contaminés, ne sont pas requis pour les essais biologiques et ne sont pas décrits dans le présent document.

---

[23] On utilise rarement cette méthode parce que des solvants comme l'acétone et l'hexane présentent des risques pour la sécurité. S'il faut utiliser des solvants organiques, le personnel qui les manipule devrait utiliser un appareil de protection respiratoire.

3.3.12 Environnement, santé et sécurité

Il faut veiller à la santé et à la sécurité de tout le personnel procédant à l'échantillonnage et à la manipulation de sol contaminé. Les dangers physiques incluent les terrains instables, les pentes et les trous, les fouilles ou les excavations à ciel ouvert. Le personnel est également exposé à des blessures provoquées par l'équipement mécanique, la manutention inadéquate des échantillonneurs et des efforts trop intenses (ISO, 2002b). L'exposition à des contaminants, que ce soit par inhalation de poussière ou de vapeur du sol, par contact cutané ou par ingestion de particules de sol, peut aussi avoir une action aiguë ou chronique sur l'équipe d'échantillonnage et les personnes qui se trouvent à proximité (ISO, 2002b). Dans certains cas, il peut y avoir exposition à des risques biologiques. Des risques particuliers sont associés à l'échantillonnage du sol d'un lieu contaminé par des résidus de matières explosives, chimiques ou radioactives, ou encore par une opération biologique.

Il faut tenir compte de tous les risques possibles dans le plan d'étude, que ce soit dans le choix des méthodes d'échantillonnage, des échantillonneurs ou de l'EPI qui convient le mieux. Il faut aussi instaurer une politique relative à la sécurité avant que le personnel se rende sur place, et il est obligatoire de se conformer à cette politique et aux modes opératoires normalisés qui y sont prévus (ISO, 2001). Les membres du personnel ne doivent pas faire usage de tabac ni manger ou boire pendant l'échantillonnage, la manipulation des échantillons de sol ou les essais (ISO, 2001). Ils devraient porter des chaussures de sécurité, se protéger des risques physiques et faire preuve de vigilance et de prudence lorsqu'ils traversent des lieux contaminés. Seuls des opérateurs qualifiés devraient conduire les machines. On peut atténuer les risques associés aux espèces sauvages en planifiant soigneusement le moment de l'année où aura lieu l'échantillonnage, en transportant avec soi des répulsifs (p. ex., gaz poivré) et en travaillant en groupe. Il ne faudrait jamais être seul pour exécuter un échantillonnage. L'EPI contre les risques chimiques et biologiques comprend des gants jetables, des chaussures de sécurité et des combinaisons de travail (étanches au besoin) résistant aux agents chimiques. En présence de risques chimiques, il pourrait être nécessaire de porter des lunettes protectrices (à coques) ou un masque intégral. Si on s'attend à des émanations de gaz toxiques, les membres du personnel devraient être équipés d'appareils portables de surveillance de gaz en continu afin de ne pas être exposés à des concentrations dangereuses (ISO, 2001). Dans certains cas, il faudra peut-être prévoir des vêtements protecteurs complets et une source externe d'alimentation en air. De plus, le carnet de vaccination contre le tétanos, l'hépatite et la fièvre typhoïde de tout le personnel chargé de l'échantillonnage devrait être tenu à jour, et ce, pour parer aux risques associés à l'exposition à des bactéries et à des virus. Là où le sol est contaminé par des résidus de matières explosives, chimiques ou radioactives ou par une opération biologique, des spécialistes devraient donner au personnel une formation sur les mesures de sécurité à prendre (y compris l'utilisation de l'EPI) et être présents lors de l'échantillonnage.

Le personnel de laboratoire qui manipule et prépare des échantillons de sol et qui les soumet à des essais devrait toujours être informé, *avant* la réception des échantillons au laboratoire, de la présence possible ou suspectée de contaminants préoccupants et de leurs concentrations maximales estimatives. Des moyens appropriés pourront alors être prévus pour réduire au minimum les risques : mesures de contrôle, utilisation d'équipement adéquat, procédures de manipulation adaptées, utilisation de l'EPI.

L'échantillonnage devrait être exécuté avec soin afin que la poussière contaminée ne puisse, une fois remuée, se retrouver ailleurs sur le site d'étude (ISO, 2002b). Lorsqu'on décontamine l'équipement d'échantillonnage, le rinçat (eau et solvant) devrait être recueilli dans des récipients à déchets et éliminé adéquatement hors site une fois l'échantillonnage terminé.

Il faut aussi recueillir et éliminer adéquatement hors site tous les déchets et débris résultant de l'échantillonnage; il faudrait aussi nettoyer la machinerie et les roues des véhicules avant de quitter le site afin que la contamination ne puisse s'étendre ailleurs (ISO, 2001). Une fois les essais terminés, le laboratoire doit éliminer le sol et les matières biologiques excédentaires conformément aux règlements applicables à la gestion de l'environnement et des déchets.

3.3.12.1 Remblayage

L'échantillonnage du sol aux fins d'essais biologiques peut parfois entraîner le déplacement d'un volume substantiel de sol, comme lorsqu'on creuse une fosse d'essai. La zone excavée doit être remblayée adéquatement afin qu'elle ne pose pas de risque physique ou qu'elle ne devienne pas une voie privilégiée de déplacement des contaminants du sol, ou afin qu'elle retrouve son usage antérieur [p. ex.,

agricole ou récréatif (s'il s'agit d'une parcelle de parc)]. Il faudrait trier les déblais (p. ex., couche arable, couche meuble sous-jacente et matériau parental) et les remettre en place dans le bon ordre. Il faudrait aussi que leur masse volumique apparente soit comparable à ce qu'elle était auparavant. En conséquence, il faudra peut-être procéder à un certain compactage (en gardant à l'esprit que les matériaux devraient rester meubles dans la zone d'enracinement afin que le compactage ne nuise pas à la croissance des plantes). Si on utilise un sol gelé comme remblai, on devrait prendre des mesures pour prévenir son affaissement ultérieur. Dans les cas où des volumes substantiels de sol ont été prélevés, il faudra peut-être utiliser du sol provenant d'un autre endroit pour le remblayage. Les caractéristiques physiques et chimiques (p. ex., texture du sol, pH, salinité, sodicité, COT) de ce remblai devraient être comparables à celles du matériau d'origine. Il faudra peut-être se préoccuper de la qualité de ce remblai, car certaines compétences pourraient exiger l'approbation du propriétaire avant l'importation de remblai sur sa propriété. La qualité du remblai ne se limite pas nécessairement aux composants chimiques. Ainsi, il faudra peut-être prouver que le sol est exempt de contaminants biologiques soulevant des préoccupations en agriculture (hernie du chou en Alberta, p. ex.). Avant d'utiliser un remblai, on devrait en déterminer les caractéristiques physiques, chimiques et, le cas échéant, biologiques au moyen d'analyses de laboratoire.

3.4 Plan d'échantillonnage et préparatifs

Un plan d'échantillonnage est un élément clé du plan d'étude. On y décrit les procédures détaillées à suivre pour prélever, manipuler et préparer les échantillons *in situ* (au besoin) et pour les emballer, les étiqueter, les entreposer (le cas échéant) et les transporter. Il inclut aussi la documentation associée à chaque activité. Étant donné son importance comme document d'appui du plan d'étude, il devrait inclure tous les renseignements listés au tableau 9 [d'après CCME (1993a)].

3.5 Mesures et observations in situ

Le plan d'échantillonnage devrait englober des instructions explicites sur les mesures et observations à effectuer *in situ*. Des recommandations générales à cet égard sont fournies au tableau 10 [d'après CCME (1993a) et ISO (2002a)]; toutefois, il faut s'attendre à devoir les modifier en fonction des besoins propres au site.

3.6 Prélèvement d'échantillons de sol

Il existe deux grands types d'échantillons de sol : les intacts et les perturbés. Pour les essais biologiques, on prélève habituellement des échantillons perturbés. Dans ce type d'échantillonnage, les particules du sol se dissocient pendant le prélèvement. Par contre, lorsqu'on prélève des échantillons intacts, les particules de sol et la structure des pores demeurent inchangées (ISO, 2002b). Les échantillons intacts sont utilisés pour les essais biologiques lorsque des composés volatils contaminent le sol, de même que pour les essais microbiens, les essais de toxicité monospécifiques et les essais en microcosme exécutés sur des carottes de sol intact.

3.6.1 Classification des sols

Avant l'échantillonnage, il est important d'avoir en main une description détaillée du sol à échantillonner, laquelle servira de base pour la collecte d'échantillons et pour l'interprétation des résultats des essais biologiques. Les levés et cartes pédologiques fournissent de l'information sur les sols à l'échelle régionale (v. 3.3.3.2 et 3.3.3.3). Toutefois, les sols échantillonnés aux fins d'essais biologiques devraient également être décrits à l'échelle du site d'échantillonnage. À l'instar des plantes et des animaux, les sols sont identifiés et classés selon un système taxinomique hiérarchique. Du fait que leurs propriétés (paramètres chimiques et physiques) reflètent l'action et l'interaction des processus de pédogenèse dans le temps, on peut classer et grouper les sols en fonction de ces propriétés plutôt que des seuls facteurs environnementaux dont ils subissent l'influence (p. ex., la végétation).

Le Système canadien de classification des sols (SCCS) (AAC, 1998)[24] se fonde sur les similitudes et/ou les différences entre les propriétés des sols.

---

[24] Certaines méthodes de classification des sols utilisées au Canada servent à d'autres fins que la science du sol, l'agronomie ou les essais biologiques. Les ingénieurs et les géoscientifiques utilisent couramment, pour les évaluations des lieux contaminés, le système unifié de classification des sols (ASTM, 2006a), le *Manuel canadien d'ingénierie des fondations* (Société canadienne de géotechnique, 2006) et la méthode d'évaluation géologique décrite dans Compton (1985). Étant donné que les essais biologiques peuvent porter sur des sols caractérisés au moyen de ces autres systèmes, il est important de confirmer que les échantillons destinés aux essais ont aussi été classés selon le SCCS.

Les processus de pédogenèse sont des facteurs qui modifient et/ou déterminent la vitesse, le sens et l'ampleur de la transformation du matériau parental en sol. Ces facteurs sont au nombre de cinq : le matériau parental, le climat, la matière vivante, le relief et le temps (Hausenbuiller, 1985).

Tableau 9. Liste de contrôle du plan d'échantillonnage

- Emplacement du ou des sites d'échantillonnage (et directions pour s'y rendre)
- Coordonnées du gestionnaire du site
- Points d'échantillonnage proposés

- OQD et procédures à mettre en place pour les atteindre
- Adaptation des protocoles si des problèmes surgissent sur le terrain (p. ex., substitution des lieux et/ou du personnel d'échantillonnage, modification du volume minimal de sol requis, panne d'équipement, températures extrêmes)

- Repérage des lieux d'échantillonnage (p. ex., à l'aide de piquets)
- Préparation du site (p. ex., délimitation physique de la parcelle, enlèvement de la litière)

- Échantillonneurs (p. ex., types et nombre)
- Échantillons [volume, profondeur et horizon du prélèvement, nombre (échantillons ponctuels, composites ou en vrac, sous-échantillons d'échantillons composites, réplicats)]
- Procédures d'échantillonnage (p. ex., regroupement des échantillons, moment particulier ou conditions spéciales de l'échantillonnage, modes d'échantillonnage propres à des contaminants donnés)
- Récipients à échantillon (p. ex., type, matériau, nombre, taille, étiquetage)

- Autre matériel d'échantillonnage, y compris pour les observations et les mesures *in situ* et pour la préparation des échantillons sur place (p. ex., carnets de terrain, unités GPS, appareil photo, étiquettes, glacières, blocs réfrigérants, ruban adhésif, stylos à encre indélébile, matériel d'emballage, tamis, bâches, râteaux, piquets, peinture aérosol, récipients à déchets)

- Préparation *in situ* des échantillons (p. ex., tamisage, homogénéisation, séchage)
- Mesures *in situ*
- Observations à consigner

- Emballage, transport et entreposage des échantillons
- Formulaires de documentation et de procédures (p. ex., étiquettes à échantillons, permis d'accès, chaîne de conservation, transport de matières dangereuses, sceaux pour échantillons)

- Procédures de décontamination ou d'hygiène (p. ex., équipement, personnel, récipients à échantillon)
- Procédures d'élimination des déchets

- Environnement, santé et sécurité [p. ex., EPI, vêtements appropriés, écran solaire, produit répulsif (contre les insectes et les espèces sauvages), eau et/ou solvant pour la décontamination, brosses, chiffons, récipients à déchets]

- Plan de sécurité (p. ex., mesures d'urgence, numéros à composer en cas d'urgence, équipement de communication)

Tableau 10. Liste de contrôle des notes de terrain

Échantillonnage du sol
- date du prélèvement
- heure
- numéro d'identification de l'échantillon
- emplacement
- site d'échantillonnage
- nom de la personne effectuant l'échantillonnage
- conditions d'échantillonnage
- type d'échantillon
- échantillonneur
- *volume de l'échantillon*

Manipulation de l'échantillon
- préparation (p. ex., tamisage, homogénéisation, séchage)
- *sous-échantillonnage* aux fins d'analyses chimiques
- observations concernant l'échantillon (p. ex., odeur, faune indigène, humidité)

Mesures sur le terrain (mesures auxiliaires à prendre)
- prélèvement d'un échantillon adjacent pour les analyses du ou des contaminants ou les analyses physicochimiques
- tests *in situ* sur les propriétés du sol (p. ex., masse volumique apparente, pH, humidité)
- caractérisation des horizons du sol (si ce n'est déjà fait)
- tests *in situ* (p. ex., sac de litière, exposition des vers de terre, bandes appâtées, sondes à ADN)
- inventaire écologique
- échantillonnage des espèces fauniques et floristiques

Observations sur le site d'échantillonnage
- conditions météorologiques (p. ex., température de l'air, pluie, soleil, nuages)
- contamination visible ou zones dépourvues de végétation
- photographies du site, du profil pédologique et des points d'échantillonnage
- description du profil pédologique ou des couches de sol
- croquis du site et des points d'échantillonnage
- infrastructure près des points d'échantillonnage
- relief et caractéristiques hydrologiques (p. ex., pente, présence d'eau de surface)
- identification de la végétation dominante (p. ex., arbres, arbustes, herbes) (si ce n'est déjà fait)

Entreposage de l'échantillon
- date, heure et conditions
- durée d'entreposage

Transport de l'échantillon
- date
- heure
- nom de la personne qui cède l'échantillon
- moyen de transport et transporteur
- numéro de suivi
- conditions du transport
- formulaire de la chaîne de conservation
- formulaire de transport de matières dangereuses (au besoin)
- confirmation et date de la réception au laboratoire

Ces phénomènes ont pour effet cumulatif le développement ou la dégradation des horizons pédologiques, qui sont des couches de matériau de *sol minéral* ou de *sol organique*, approximativement parallèles à la surface de la terre et dont les caractéristiques sont modifiées par les processus de formation du sol (AAC, 1998). Dans un profil pédologique, ils prennent généralement la forme de couches superposées de matière minérale ou organique. Les principaux horizons minéraux sont les *horizons A*, *B* et *C*; les principaux horizons organiques sont les *horizons L*, *F* et *H* (litière forestière surtout) ou *O* (végétation des milieux humides principalement). Le profil pédologique est habituellement ce qu'on observe et/ou échantillonne *in situ* afin de déterminer la classification d'un sol. La figure E.3 de l'annexe E illustre et décrit un tel profil.

Les sols sont classés à l'aide du SCCS selon un ordre croissant de spécificité et de relation taxinomique : ordre > grand groupe > sous-groupe > famille > série. Chaque ordre de sols reflète les effets des processus pédogéniques et/ou des facteurs environnementaux dominants. La plupart des dix ordres de sols du paysage canadien prédominent dans l'un ou l'autre des grands écosystèmes terrestres suivants : forêts, prairies et toundra. Comme tels, ils ont une étendue géographique définie. L'annexe E renferme une brève description de chacun des ordres de sols, y compris l'horizon diagnostic de chacun, des photographies et des cartes de leur étendue géographique.

Les sols échantillonnés aux fins d'essais biologiques devraient être classés au moins jusqu'à l'échelle du sous-groupe, mais préférablement à celle de la série, par un scientifique en science du sol ou une personne expérimentée. Les sols d'une série ont « un même nombre et arrangement d'horizons dont la couleur, la texture, la structure, la consistance, l'épaisseur, la réaction ou des combinaisons de ces propriétés qui se maintiennent à l'intérieur d'une étendue définie » (AAC, 1998). Ils portent un nom précis habituellement en lien avec une région géographique; ce nom est représentatif de toutes les caractéristiques d'un sol donné. À l'échelle locale, une série de sols est associée au profil et à la classification du sol, de même qu'à l'emplacement de ce profil par rapport au paysage. On trouvera à l'annexe E de plus amples informations sur le SCCS et sur les éléments fondamentaux de l'identification taxinomique des sols.

3.6.2 Obtention de sols de référence aux fins des essais biologiques

Une des tâches les plus importantes — et parfois une des plus difficiles — connexes aux essais biologiques propres à un site est le prélèvement sur le terrain d'un ou de plus d'un échantillon de sol de référence bien apparié. Par définition, un sol de référence présente des propriétés physiques et chimiques semblables à celles du sol contaminé, mais il est exempt de contaminants.

L'inclusion d'un sol de référence en tant que témoin négatif dans une évaluation écotoxicologique d'un lieu donné permet au chercheur de faire la distinction entre l'influence des propriétés physiques et chimiques d'un sol et l'influence d'un contaminant (il peut y en avoir plus d'un) sur la performance des organismes expérimentaux. Dans de nombreux cas, des propriétés intrinsèques du sol, comme la texture, le pH, la *conductivité* électrique, la fertilité et la TMO, influent fortement sur la croissance et la vigueur des plantes, sur la croissance et la reproduction des invertébrés ainsi que sur l'activité et la diversité des micro-organismes du sol. Pour éviter toute interprétation erronée des données toxicologiques, on devrait toujours inclure un sol de référence bien apparié dans toute évaluation écotoxicologique d'un site. La plupart des types d'évaluation (y compris en microcosme) exigent l'inclusion d'un sol de référence en tant que traitement. Toutefois, pendant l'étape de la planification, on devrait consulter le laboratoire d'écotoxicité qui exécutera les essais afin de déterminer la nature et le volume de sol de référence requis pour satisfaire aux objectifs de l'étude et aux OQD.

Le choix d'un sol de référence bien apparié peut exiger beaucoup d'efforts, et c'est pourquoi il faut lui porter une grande attention. On devrait recueillir des données documentaires sur le site ou la zone témoin où le sol de référence sera échantillonné. La classification du sol de référence devrait être établie elle aussi (v. 3.6.1). En plus de provenir de la même série de sols et du même horizon que le sol contaminé, le sol de référence devrait avoir subi le même degré de perturbation (p. ex., compaction, site forestier de coupe à blanc) que le sol contaminé échantillonné (EC, 1999). Voici certaines des plus importantes propriétés physiques et chimiques d'un sol de référence et d'un sol contaminé qui devraient être appariées :

- composition granulométrique (pourcentage de sable, de limon et d'argile);
- TMO[25];
- pH;
- conductivité électrique;
- fertilité :
  - azote total, nitrate (NO_3^-), nitrite (NO_2^-) et ammonium (NH_4^+);
  - potassium phytodisponible et/ou potassium total;
  - phosphore phytodisponible et/ou phosphore total;
- rapport C/N (pour les essais microbiens).

Autres propriétés qui pourraient être appariées :

- capacité d'échange cationique;
- teneur en carbone total;
- carbone inorganique total;
- cations échangeables (Ca^{2+}, Mg^{2+}, Na^+, K^+);
- potentiel d'oxydoréduction;
- capacité de rétention d'eau (en particulier pour les essais microbiens).

Il pourrait être essentiel d'apparier d'autres propriétés, selon le type d'essais biologiques à exécuter. On pourrait aussi avoir besoin de plus d'un sol de référence pour apparier les échantillons de sol contaminé, en particulier si les propriétés physiques et chimiques varient beaucoup entre les sols de sites.

C'est au cas par cas qu'on doit déterminer si le sol de référence est adéquatement apparié au sol contaminé. Il est difficile de donner des indications générales sur la mesure dans laquelle un écart entre les propriétés physiques et chimiques d'un sol contaminé et d'un sol de référence peut être considéré acceptable, étant donné que le degré d'écart varie avec le type de sol, les essais toxicologiques à exécuter et les organismes expérimentaux choisis. De plus, l'écart considéré comme acceptable variera d'une caractéristique du sol à l'autre (p. ex., le pourcentage d'écart acceptable sera sans doute plus élevé pour le limon que pour la matière organique). Par ailleurs, les espèces expérimentales présenteront différentes plages de tolérance au changement dans les caractéristiques du sol [p. ex., certaines espèces d'invertébrés pourraient être sensibles au changement du pH, tandis que certaines espèces de plantes y seront beaucoup plus tolérantes (Jänsch et coll., 2005)]. Les caractéristiques du sol influent tant sur la performance des espèces expérimentales que sur la biodisponibilité des contaminants. L'appariement des caractéristiques physiques et chimiques d'un sol de référence et d'un sol contaminé est un compromis entre l'appariement de certaines caractéristiques clés aux dépens d'autres dont l'influence est jugée moins forte sur la biodisponibilité du ou des contaminants et/ou sur la performance des espèces expérimentales.

En plus d'apparier les propriétés clés, le chercheur doit s'assurer que le sol de référence n'est pas contaminé. À cette fin, il est recommandé de procéder au moins aux analyses chimiques et biologiques suivantes :

- insecticides organophosphorés;
- insecticides organochlorés;
- herbicides;
- métaux;
- HCP (y compris les HAP);
- autres contaminants préoccupants propres au site ou à la région.

Des tests de performance devraient être exécutés avec les espèces expérimentales qui seront utilisées dans l'étude afin de s'assurer que le sol de référence convient à la survie, à la croissance et/ou à la reproduction des espèces en question (EC, 2004a, 2005a, 2007a). Les tests chimiques et biologiques devraient être exécutés conformément à la réglementation applicable.

Le lieu de prélèvement d'un sol de référence devrait être adjacent à celui de l'étude ou être situé dans ses environs. À défaut, il devrait être situé dans une région semblable. Dans tous les cas, il devrait être en amont du lieu d'échantillonnage (dont les contaminants peuvent être aéroportés ou transportés par l'eau souterraine). Il faudrait réduire au minimum les déplacements entre le site de référence et le site d'étude. En outre, le sol de référence devrait être échantillonné avant le sol contaminé si possible (les conditions météorologiques ou l'accès au lieu d'échantillonnage, p. ex., pourraient toutefois dicter le contraire). Idéalement, les lieux de prélèvement du sol de référence et du sol contaminé devraient présenter un relief semblable. Si aucun sol de référence local ne convient, un sol de référence régional sera acceptable. Les techniques de prélèvement et les procédures d'AQ/CQ appliquées au site de référence et au site d'échantillonnage doivent être identiques.

[25] La TMO est calculée à partir du COT. On peut aussi l'estimer à partir du COT en multipliant par 1,72 la teneur en carbone organique d'un sol (Hausenbuiller, 1985). Toutefois, comme la relation entre le COT et la matière organique varie légèrement d'un sol à l'autre, la TMO devrait être déterminée également au moyen d'analyses de laboratoire.

Il est essentiel de repérer un sol de référence dès les premières étapes de l'étude étant donné que, si la recherche s'avère infructueuse — comme c'est parfois le cas —, on pourra modifier au besoin les OQD et les objectifs de l'étude. S'il est impossible de repérer un sol de référence apparié, on peut acheter un sol de référence générique assorti le plus possible au sol de site (ISO, 2003b; Römbke et Amorim, 2004)[26]. (À l'heure actuelle, il n'existe aucune source commerciale canadienne de sol prélevé sur le terrain et pouvant servir à des essais biologiques. Il est recommandé de s'informer de la disponibilité future d'un tel sol auprès d'un laboratoire d'écotoxicité ou encore du personnel de la Direction générale de la science et de la technologie d'Environnement Canada, mentionné au début du présent document.) On peut aussi surmonter le problème en incorporant dans les essais des échantillons renfermant des gradients de concentration du ou des contaminants, ou en utilisant des techniques multivariées (Jensen et coll., 2006b; Strandberg et coll., 2006) ou spatialement explicites faisant appel à des outils géostatistiques pour déterminer les corrélations spatiales entre les concentrations du ou des contaminants et les paramètres biologiques (Kuperman et coll., 1998; v. aussi 3.3.6 et annexe D).

3.6.3 Échantillonnage par horizon pédologique

La plupart des sols du Canada sont très stratifiés en horizons, lesquels se forment par le dépôt de matière en surface et par la lixiviation de composants hydrosolubles à travers le sol. La structure et la chimie des horizons pédologiques peuvent donc varier grandement et influer différemment sur la biodisponibilité et la toxicité des contaminants pour la pédofaune. La contamination du sol peut être stratifiée par horizon; la spéciation explique en partie ce phénomène, de même que la mobilité résultante des contaminants dans les différents horizons. Les échantillons de sol destinés à des essais biologiques devraient être prélevés par horizon dans la plupart des cas (ISO, 2002a, 2006a), notamment lorsqu'un changement s'observe dans le type, la couleur et/ou la texture du matériau du sol. Il existe cependant des exceptions à cette règle générale (v. 3.6.4). Même si le travail du sol perturbe les sols agricoles, la couche ainsi remaniée est définie comme un horizon (l'horizon Ap, perturbé par des activités anthropiques, comme la culture, l'abattage des arbres et l'habitation) dans le SCCS et devrait être échantillonnée en tant qu'unité pédologique. Un sol échantillonné par horizon présente généralement moins de variation, étant donné qu'on évite ainsi le mélange de matériaux présentant différentes propriétés (et/ou différents degrés de contamination) (Bélanger et Van Rees, 2008).

La couche supérieure (horizon A) est celle qui est le plus souvent échantillonnée aux fins d'essais biologiques. Elle renferme le plus de matière organique et, dans le cas des sols minéraux, c'est là que se déroule la plus grande partie de l'activité biologique. De plus, les dépôts atmosphériques de contaminants et les déversements de surface élèvent les concentrations de contaminants dans cet horizon. Selon les objectifs de l'étude, on peut aussi prélever des échantillons de litière forestière (horizon L), de matières fulviques/humiques (horizons F et H) (p. ex., un terrain boisé) ou de matière organique superficielle (horizon O) des sols minéraux (p. ex., dans la toundra), le cas échéant. Les horizons subsuperficiels B et C (moins fréquemment dans ce dernier cas) peuvent aussi être échantillonnés s'ils sont contaminés. La contamination observée ou mesurée dans ces horizons résulte de la lixiviation de déversements, de la remontée capillaire d'eau souterraine contaminée ou, directement, d'activités anthropiques.

Pour échantillonner un sol par horizon, le profil pédologique du site doit d'abord avoir été établi (v. 3.6.1). La caractérisation du profil peut être effectuée dès les premières étapes de l'évaluation du lieu ou en même temps que le prélèvement d'échantillons aux fins d'essais biologiques (v. 3.3.3.2 et 3.6.1). Les dossiers historiques et les données documentaires sur le sol du site fournissent des informations préliminaires utiles. Si elles sont suffisamment détaillées, la caractérisation du profil pédologique pourrait être inutile (v. 3.3.3). À défaut d'information documentaire, on peut creuser une fosse d'essai pour observer le profil pédologique.

---

[26] En Europe, les écotoxicologues peuvent utiliser pour leurs essais des sols naturels « certifiés » provenant de régions données. Ces sols ont été caractérisés d'une manière approfondie et peuvent être utilisés à des fins de comparaison pour différentes études. Comme ils ne sont pas contaminés, ils peuvent servir de sol de référence générique. Ceux utilisés le plus couramment en Europe ont été prélevés en Allemagne par l'organisme LUFA (Landwirtschaftliche Untersuchungs- und Forschungsanstalt), et on peut se les procurer à l'adresse suivante : LUFA Speyer, Obere Langgasse 40, D-67346 Speyer, Allemagne. Comme pour toute banque de sols, cette source s'épuisera avec le temps. C'est pourquoi il est recommandé de ne ménager aucun effort pour prélever un sol de référence local ou régional.

La profondeur des fosses d'essai varie selon le site, mais elle est habituellement de 0,5-1 m. Comme solution de rechange, on peut estimer la profondeur des horizons à partir de carottes de sol prélevées au préalable sur le lieu d'échantillonnage ou à proximité. Par exemple, si le lieu d'échantillonnage est une parcelle carrée, des carottes peuvent être extraites de deux coins opposés; s'il est en pente ou s'il comporte d'autres caractéristiques topographiques, ou encore s'il est très hétérogène, des carottes peuvent être extraites des quatre coins. La caractérisation du profil pédologique devrait être confiée à un scientifique en science du sol ou à du personnel expérimenté.

Lorsqu'on échantillonne un sol par horizon, il faudrait prendre soin de ne pas diluer la contamination. Par exemple, si on sait que la contamination verticale ne s'étend que partiellement dans l'horizon B (disons de la surface et de l'horizon A jusqu'à 20 cm dans l'horizon B, dont l'épaisseur varie entre 10 et 40 cm), la concentration du ou des contaminants dans l'horizon B sera diluée. Dans un tel cas, on peut procéder à un échantillonnage par horizon *et* en fonction de la profondeur [p. ex., les horizons A (0-10 cm) et B (10-40 cm) sont échantillonnés séparément, mais l'horizon B n'est échantillonné qu'à une profondeur de 20 cm ou fait l'objet de deux échantillonnages à deux profondeurs différentes, soit 10-20 cm et 20-40 cm].

3.6.4 Échantillonnage en fonction de la profondeur

L'échantillonnage en fonction de la profondeur est recommandé dans le cas de sols dont les horizons ne sont pas distincts (ISO, 2002a). Il convient également pour de nombreux sols de sites industriels, commerciaux, résidentiels ou urbains, où des activités de construction, de remblayage, de déchargement ou de confinement ont mélangé ou remanié les horizons superficiels. Diverses profondeurs peuvent être choisies :

- profondeurs standard (p. ex., 0-15 cm, 0-30 cm, 15-30 cm, 15-60 cm, 30-60 cm) (Mason, 1992; CCME, 1993a; Dalpé et Hamel, 2008);
- jusqu'à la profondeur verticale connue de la contamination (p. ex., 0-5 cm pour un sol contaminé par des dépôts atmosphériques);
- profondeur pertinente d'un point de vue écologique (habituellement 0-10 cm, soit celle à laquelle on trouve la plus grande partie de la pédofaune, et pas plus de 30 cm) (Spurgeon et coll., 2002; ISO, 2006c);
- jusqu'à la profondeur connue d'enracinement (Dalpé et Hamel, 2008);
- conformément aux méthodes d'échantillonnage utilisées dans les phases antérieures de l'évaluation du lieu ou dans des études auxiliaires.

Quelle que soit la profondeur choisie, elle doit satisfaire aux objectifs de l'étude et aux OQD.

L'échantillonnage de la terre végétale d'une forêt (*horizon Ah*) soulève parfois des difficultés, étant donné qu'il peut être malaisé de reconnaître la limite exacte entre la matière organique sus-jacente (tapis forestier) et l'horizon minéral. Pour comparer certaines caractéristiques du sol (comme les bassins de carbone) en regard de différentes formes d'aménagement forestier, il pourrait être préférable de prélever des échantillons de sol en fonction de la profondeur (Bélanger et Van Rees, 2008).

Si un matériau parental uniforme doit être échantillonné, il convient de procéder par prélèvements progressivement plus profonds pour s'assurer que le ou les contaminants ne sont pas dilués. Au moment d'établir, dans le plan d'échantillonnage, la profondeur et les plages de profondeur des prélèvements, on doit tenir compte des caractéristiques du sol et du ou des contaminants, de même que des mécanismes prévus de transport de ces derniers. On s'assurera ainsi que les concentrations du ou des contaminants du sol ne sont pas diluées du fait que la plage de profondeur choisie est trop grande (p. ex., 1,0-2,0 m).

Dans le cas d'un lieu d'échantillonnage reposant sur un till rocheux mince à relief variable, il peut être difficile de prélever des échantillons à des profondeurs uniformes, étant donné que l'épaisseur du sol peut varier de quelques centimètres à ≥1 m, selon l'emplacement. Dans les régions montagneuses ou vallonnées présentant une pente importante (≥10°), il faut tenir compte de celle-ci et appliquer la *loi du cosinus*[27], avec un facteur d'extension de 1/cosinus de pente, pour corriger la profondeur d'échantillonnage (ISO, 2002a). Voici un exemple de calcul :

> Un échantillon doit être prélevé à une profondeur de 20 cm sur une colline dont la pente est de 16°. Pour tenir compte de la pente, on applique à la profondeur d'échantillonnage un facteur d'extension de 1/cos(pente), soit 1/cos(16) dans

[27] Son expression mathématique est la suivante : $c^2 = a^2 + b^2 - 2ab[\cos(C)]$, où a, b et c correspondent aux longueurs d'un triangle rectangle, et A, B et C, aux angles.

le cas présent. On multiplie la profondeur de l'échantillonnage (20 cm) par 1/cos(16), soit 20 cm × 1/0,96 = 20,8 cm (écart de 4 %).

Selon les objectifs de l'étude, les horizons organiques L, F et H ou O (le cas échéant) peuvent être enlevés avant l'échantillonnage en fonction de la profondeur (0 cm correspond à la surface d'un sol minéral) ou intégrés dans l'échantillon (0 cm correspond à la surface de la couche organique). Dans les deux cas, on enlève la végétation et les débris superficiels avant de procéder à l'échantillonnage (la végétation peut être prélevée à des fins d'analyse, mais elle ne devrait pas être incluse dans l'échantillon de sol).

3.6.5 Prélèvement d'échantillons de sol

Dans le présent document, le terme « échantillon » désigne la fraction de sol prélevée à l'aide d'échantillonneurs en vue d'établir une estimation non biaisée de la réponse mesurée. Les facteurs susceptibles d'influer sur la représentativité de l'échantillon sont les suivants :

- le spectre granulométrique par rapport à l'ouverture minimale de l'échantillonneur [on ne devrait pas utiliser un échantillonneur de 2 cm de diamètre lorsque le diamètre des agrégats à échantillonner est supérieur à cette valeur (p. ex., gravier ou cailloux), car l'échantillon ne contiendra que des agrégats de plus petite taille et sera biaisé]; ce facteur détermine la taille minimale d'un échantillon considéré comme représentatif de la ou des populations ou sous-populations;
- l'agrégation du ou des contaminants d'intérêt;
- la distribution non homogène du ou des contaminants dans l'échantillon (p. ex., beaucoup de contaminants sont associés à une classe granulométrique donnée).

Pitard (1993) analyse la théorie d'échantillonnage de matières particulaires, qui est sous-jacente à ces principes. On trouvera dans ISO (2006d) des indications sur la collecte d'échantillons non biaisés, toujours selon ces principes. Si l'absence de biais des dispositifs et/ou méthodes d'échantillonnage soulève des doutes, les statisticiens devront peut-être s'entretenir avec des spécialistes en science du sol.

Les pelles et les truelles sont les outils le plus couramment utilisés pour prélever d'importants volumes de sol, et on peut se servir de couteaux pour couper un horizon. Toutefois, il faut s'assurer que l'échantillon est représentatif (v. 3.3.5.8) et exempt de biais (p. ex., les prélèvements se font à la même profondeur ou dans le même horizon). Les carottiers, emporte-pièce, cadres de coupe et échantillonneurs cylindriques sont plus précis, mais ils conviennent moins à l'extraction d'importants volumes de sol. Lorsque le lieu d'échantillonnage est humide, les carottiers et les emporte-pièce sont les plus faciles à utiliser (et parfois les seuls qui conviennent) (ISO, 2003a). Il est plus facile de prélever des échantillons très volumineux à l'aide d'un engin de terrassement, comme une rétrocaveuse. Le choix des échantillonneurs se fonde sur les éléments suivants :

- les objectifs de l'étude;
- la nature du sol (sableux, argileux, très sec, très humide, gelé);
- l'emplacement de la contamination (en surface ou en profondeur);
- les propriétés du ou des contaminants (volatils ou non volatils);
- les récepteurs écologiques préoccupants;
- les essais biologiques à exécuter.

À leur tour, ces éléments faciliteront le choix des meilleurs dispositifs à utiliser en regard :

- du type de sol à prélever;
- de la profondeur ou de l'horizon d'échantillonnage;
- du volume de sol à prélever;
- de la collecte d'échantillons de sol perturbé ou intact.

Le tableau G.1 de l'annexe G décrit les échantillonneurs les plus courants, de même que leurs avantages et inconvénients; des photographies et un diagramme de dispositifs choisis apparaissent aux figures G.1 à G.6 de cette même annexe. La liste fournie au tableau G.1 n'est pas exhaustive – il existe de nombreux autres échantillonneurs spécialement adaptés à différents types de textures et de conditions pédologiques ainsi qu'à une variété de volumes et de profondeurs d'échantillonnage. Les fournisseurs locaux accrédités devraient pouvoir offrir une grande gamme d'échantillonneurs et fournir des recommandations quant à leur pertinence en regard d'objectifs précis.

3.6.5.1 Prélèvement d'échantillons de sol aux fins d'essais toxicologiques

Procédure de prélèvement :

1. Délimiter le lieu d'échantillonnage, conformément aux indications fournies en 3.3.8 (figure 3).

2. Dégager la surface du sol en enlevant à la main ou en râtelant délicatement les matières non consolidées (débris, végétation, couverture fraîche de feuilles mortes, etc.).

3. Si la parcelle est envahie de végétation (p. ex., chaume), couper celle-ci jusqu'à la surface du sol à échantillonner (figure 4). Une fois l'échantillon prélevé (suivre les étapes 4 à 6 ci-après), tapoter légèrement le sol autour des racines pour le faire tomber dans le récipient à échantillon, puis éliminer la matière végétale, la garder avec l'échantillon de sol ou la conserver en tant qu'échantillon distinct, selon les objectifs de l'étude (USEPA, 2006).

4. Pour recueillir de gros échantillons (p. ex., >1 L), utiliser des pelles ou des truelles et procéder comme suit :

   (i) prélever le sol dans la couche superficielle (horizon minéral A), jusqu'à la profondeur délimitée par un changement de couleur (figures 5 et 6);

   (ii) transférer le sol dans le récipient à échantillon (figure 7) – si le sol doit être préparé sur place (c.-à-d. séché, homogénéisé ou tamisé avant son expédition au laboratoire), le transférer sur une toile en plastique, une toile de coton (si le ou les contaminants risquent d'interagir avec le plastique) ou une bâche, ou encore dans un *récipient de terrain*, jusqu'à ce que le volume requis ait été prélevé (figure 8);

   (iii) s'assurer que le sol extrait est enlevé de toute la parcelle;

   (iv) répéter les étapes 4(i) et 4(iii) pour les horizons B et C s'ils sont contaminés et/ou si les objectifs de l'étude exigent leur échantillonnage.

5. Pour recueillir de plus petits échantillons ou si on a besoin d'échantillons non perturbés (p. ex., carottes de sol intact), utiliser des carottiers et procéder comme suit [d'après Mason (1992) et ISO (2003a)] :

   (i) employer des carottiers d'un gros diamètre (recommandé) (p. ex., 9-30 cm);

   (ii) niveler la surface du sol au besoin;

   (iii) enfoncer le carottier (à l'aide d'un maillet, d'un marteau en acier ou d'un marteau à coulisse à tête en nylon) (figure 9) jusqu'à la profondeur connue de l'horizon ou jusqu'au changement de couleur délimitant les horizons [dans des sites très hétérogènes, il faudra peut-être extraire une carotte d'essai (figure 10) pour déterminer si la profondeur voulue est atteinte ou pour savoir à quelle profondeur se trouve la transition entre deux horizons]; si un carottier fendu (échantillonneur dont on peut ouvrir l'enceinte pour observer la carotte sans la perturber) (figure 11) est utilisé, l'enfoncer à une profondeur standard, extraire la carotte et la séparer par horizon et/ou en fonction de la profondeur;

   (iv) éviter d'incliner le carottier en l'enfonçant dans le sol;

   (v) extraire l'échantillon en réduisant au minimum la perte de sol (p. ex., créer une succion en haut du cylindre du carottier à l'aide d'une ventouse ou d'un bouchon en caoutchouc, ou enlever à la main le sol entourant le cylindre du carottier afin d'avoir accès au bas du cylindre avant de retirer le carottier);

   (vi) couper le sol de transition ou les racines et enlever les grosses pierres de la base de l'échantillon;

   (vii) échantillons perturbés : extraire le sol du carottier (si un carottier fendu est utilisé, séparer auparavant l'échantillon par horizon et/ou en fonction de la profondeur) et le transférer dans le récipient à échantillon;

   (viii) échantillons non perturbés (carottes de sol intact) (figure 12) : fermer hermétiquement le cylindre, la gaine du carottier ou l'emporte-pièce avant de transférer le sol dans un récipient d'entreposage ou d'expédition;

   (ix) échantillons perturbés et non perturbés : il est conseillé de consigner la profondeur à laquelle le sol a été extrait et la profondeur de pénétration du cylindre du carottier afin de pouvoir estimer la compression ou la perte de sol pendant le carottage – cette information est essentielle pour corréler les résultats des essais biologiques avec la profondeur et l'épaisseur originelles des couches de sol échantillonnées;

(x) si le sol doit être préparé sur place (c.-à-d. séché, homogénéisé ou tamisé avant son expédition au laboratoire), le transférer sur une toile en plastique, une toile de coton (si la contamination croisée par des contaminants organiques lessivés de la toile en plastique soulève des préoccupations, consulter la sous-section 3.3.11.1) ou une bâche, ou encore dans un récipient de terrain;

(xi) répéter les étapes 5(iii) à 5(x) jusqu'à ce que le volume requis ait été extrait de la parcelle, tous les échantillons étant transférés dans le même récipient;

(xii) s'il faut extraire des échantillons des horizons subsuperficiels (B ou C), répéter les étapes 5(iii) à 5(x) au même endroit ou ailleurs;

(xiii) lorsque de petits volumes de sol sont requis, on peut prélever des échantillons de sol intact ou perturbé le long des parois de la fosse d'essai – extraire les échantillons à l'horizontale avec les mêmes outils que pour l'échantillonnage vertical (par horizon ou en fonction de la profondeur), ce qui a pour avantage supplémentaire de réduire au minimum la contamination d'un horizon ou d'une profondeur à l'autre.

6. Pour prélever des échantillons en profondeur, il serait plus efficace et moins exigeant en main-d'œuvre d'utiliser un camion de forage (figure 13). Même si cette façon de procéder a été mise au point pour l'échantillonnage de sol en vue de la caractérisation chimique ou physique du sol, elle convient au prélèvement de sol aux fins d'essais biologiques. Toutefois, certains appareils et techniques de forage risquent de modifier la matrice du sol et d'introduire des *artefacts* susceptibles d'influer sur les résultats des essais biologiques. Il n'est pas recommandé de recourir à des appareils de forage pneumatiques, à des *tarières* à tige pleine ou à des dispositifs utilisant des boues de forage; toutefois, il existe des méthodes normalisées (ASTM, 2008b, 2008c, 2008d, 2009a, 2009b) qui pourraient convenir, selon les objectifs de l'étude et/ou les OQD.

7. Si les volumes à extraire sont très importants (p. ex., des centaines de litres de sol), une rétrocaveuse pourrait s'avérer plus efficace (figure 14). Il faudra alors s'assurer que le sol est extrait uniquement de l'horizon ou à la profondeur qui convient.

8. La sous-section 3.6.6 renferme des indications sur la préparation des échantillons *in situ*.

3.6.5.2 Prélèvement d'échantillons de sol aux fins d'essais microbiens

Toutes les indications de la sous-section qui précède (3.6.5.1) s'appliquent au prélèvement d'échantillons aux fins d'essais microbiens, mais certains facteurs supplémentaires doivent être pris en considération. Si les conditions de terrain le permettent, il faudrait que l'humidité au champ du sol échantillonné facilite le tamisage, et l'échantillonnage ne devrait pas être effectué pendant ou immédiatement après de longues périodes (p. ex., >30 jours) de gel, d'inondation ou de sécheresse (ISO, 2006a). En outre, il est très important d'enlever la végétation de surface, les racines, la litière végétale et la pédofaune afin de réduire l'ajout de carbone organique frais au sol, car cet ajout peut provoquer des changements imprévisibles dans la structure et l'activité de la communauté microbienne indigène (ISO, 2006a).

3.6.6 Manipulation sur place des échantillons de sol

Il est parfois souhaitable de commencer à préparer les échantillons avant leur expédition au laboratoire qui exécutera les essais biologiques. Cette préparation peut inclure l'enlèvement à la main des débris et/ou des organismes, le séchage à l'air, le tamisage et l'homogénéisation des échantillons avant leur transfert dans des récipients à échantillon.

La manipulation sur place des échantillons de sol peut s'avérer nécessaire dans les cas suivants :

Figure 3. Délimitation d'un lieu d'échantillonnage (photo : D. Bright)

Figure 4. Enlèvement de la végétation envahissante avant l'échantillonnage (photo : J. Princz)

Figure 5. Prélèvement d'un échantillon en vrac dans une plaine inondable (photo : J. Princz)

Figure 6. Prélèvement d'un échantillon en vrac dans un sol agricole (photo : J. Princz)

Figure 7. Échantillonnage dans la forêt boréale – récipients à échantillon de 20 L en polyéthylène, garnis de sacs en polyéthylène (photo : G. Stephenson)

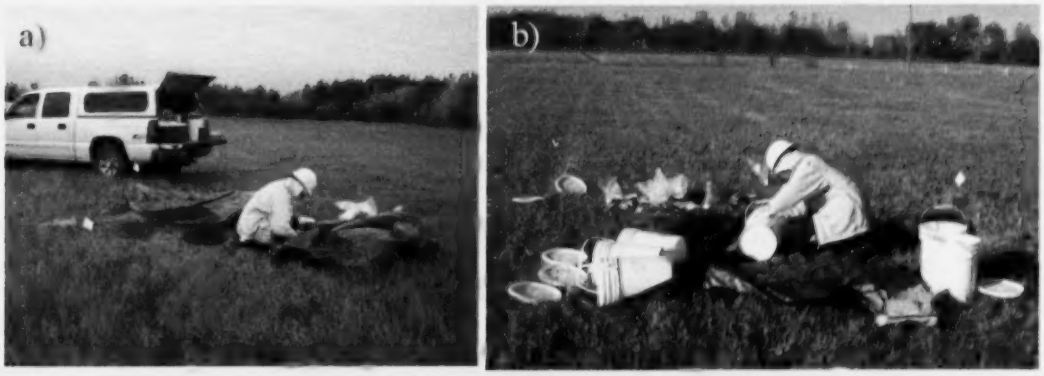


Figure 8. Sol en vrac a) déposé sur une bâche en plastique jusqu'à ce que tout l'échantillon soit extrait, puis b) transféré dans des récipients à échantillon (photos : K. Bessie et N. Harckham)

Figure 9. Prélèvement d'une carotte de sol à l'aide d'un marteau à coulisse (photo : EC et SRC, 2007)

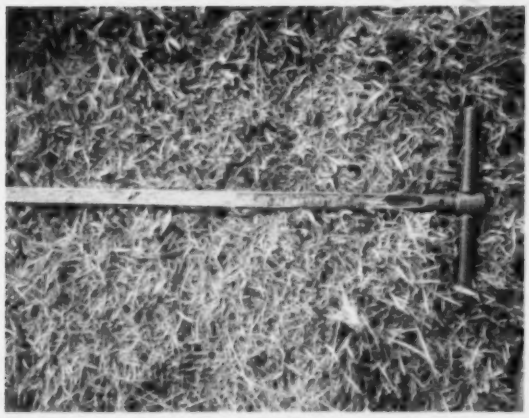


Figure 10. Carotte d'essai extraite avec un carottier Pirkhauer et pouvant servir à caractériser le profil pédologique (photo : J. Römbke)

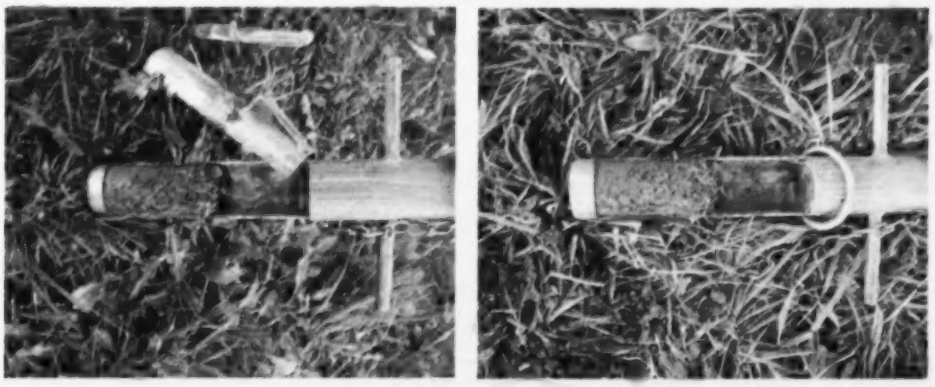


Figure 11. Carotte de sol prélevée à l'aide d'un carottier fendu. Une fois l'échantillon extrait, on peut ouvrir l'enceinte du carottier afin d'observer l'échantillon sans le perturber (photos : J. Römbke)

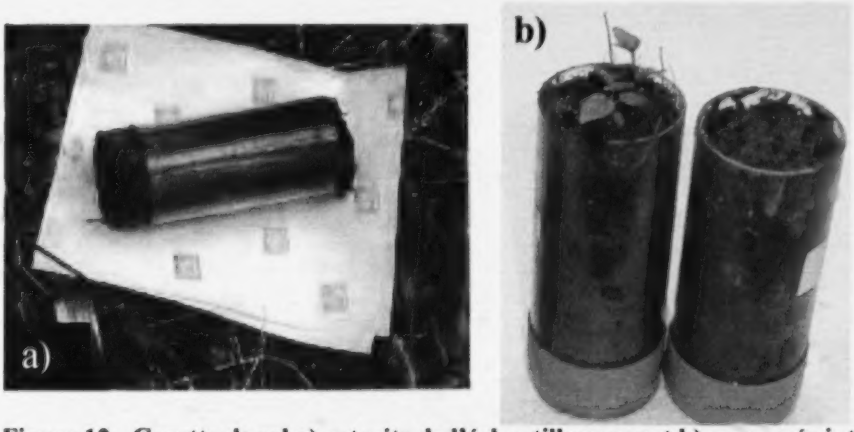


Figure 12. Carotte de sol a) extraite de l'échantillonneur et b) conservée intacte dans un manchon en plastique aux fins d'un essai biologique propre à un site (photos : EC et SRC)

Figure 13. Échantillonnage du sol à l'aide d'une tarière à tige creuse
(photo : K. Bessie et N. Harckham)

Figure 14. Prélèvement d'un volume très important de sol à l'aide d'une rétrocaveuse (photo : G. Stephenson)

- le sol est très cohésif (p. ex., argileux) et de gros fragments doivent être fractionnés et/ou tamisés (pour homogénéiser les échantillons) (v. 3.10.3.3 et 3.10.3.4);
- le sol renferme de très grosses roches ou pierres, ou encore une grande quantité de matière végétale, de chaume ou de racines – en procédant à un tri manuel ou à un tamisage, on s'assure de disposer d'un volume suffisant de sol aux fins des essais (v. 3.10.3.3);
- le sol est très humide (le séchage à l'air empêche l'apparition de conditions anoxiques, abaisse la masse de l'échantillon, réduit le risque de fuite et facilite le tamisage) (v. 3.10.3.1);
- le séchage à l'air et le tamisage peuvent être économiques lorsque les conditions s'y prêtent et que le personnel de terrain dispose de l'équipement voulu.

C'est seulement en cas de besoin que les échantillons devraient être séchés à l'air sur le terrain, car il est préférable de procéder dans des conditions de laboratoire contrôlées (ISO, 2006a).

Les échantillons qui serviront à des analyses d'ADN/ARN devraient être congelés sur place au moyen de glace sèche (ISO, 2006a). Ceux qui seront soumis à des essais microbiens devraient être manipulés avec soin et être préparés dès que possible après le prélèvement. Cette préparation inclut :

- l'enlèvement de la végétation, des gros spécimens de pédofaune et des pierres;
- le tamisage (mailles de 2-5 mm de diamètre) (v. 3.10.3.3).

L'extérieur des récipients dans lesquels on a transféré les échantillons devrait être nettoyé avec un chiffon afin d'éviter toute contamination croisée. Lorsqu'on manipule des échantillons sur le terrain, il faut éviter la perte de spécimens ainsi que la contamination par contact avec d'autres échantillons ou avec le sol et se conformer aux objectifs de l'étude et aux OQD.

3.7 Récipients à échantillon

Pendant la planification de l'étude, on devrait discuter de la taille, du type et du matériau des récipients à échantillon avec le ou les laboratoires qui procéderont aux essais toxicologiques ou aux analyses (si ces dernières doivent être effectuées sur des échantillons prélevés en même temps que ceux destinés aux essais toxicologiques). Le choix des récipients est principalement fonction des facteurs suivants :

- les exigences relatives aux essais biologiques à exécuter;
- le volume de sol requis pour les essais;
- le type et la nature du ou des contaminants du sol.

Récipients pour échantillons de sol intact
Si les échantillons sont destinés à des essais sur des carottes de sol intact, ils doivent être placés dans des gaines en plastique et/ou des cylindres en acier fermés hermétiquement. Une fois les prélèvements terminés, ils devraient être transférés dans un récipient plus grand qui sera conservé dans des conditions précises d'entreposage et de transport (ils pourraient être refroidis, p. ex.) et qui préviendra l'endommagement des échantillons pendant le transport.

Récipients pour échantillons de sol perturbé
Ces récipients devraient être :

- d'une capacité suffisante;
- constitués d'un matériau inerte afin de réduire au minimum la contamination croisée, la réaction aux contaminants du sol ou l'adsorption de ceux-ci;
- suffisamment résistants pour supporter le poids du sol et pour protéger l'intégrité des échantillons pendant l'entreposage et le transport;
- fermés hermétiquement afin de prévenir les déversements;

- étanches à l'air et résistants à la pression si le sol est contaminé par des composés volatils;
- faciles à manipuler sur le terrain;
- propres.

Tous les récipients à échantillon devraient être étiquetés sur le terrain. Les renseignements suivants devraient apparaître sur l'étiquette (v. aussi le tableau H.1 de l'annexe H) :

- date du prélèvement;
- heure;
- numéro d'identification de l'échantillon;
- point d'échantillonnage;
- lieu/site d'échantillonnage;
- nom de la personne ayant effectué l'échantillonnage;
- conditions d'échantillonnage;
- type d'échantillon;
- volume de l'échantillon.

Plutôt que d'indiquer tous ces renseignements sur l'étiquette (en particulier s'il n'y a pas suffisamment d'espace, comme ce serait le cas pour de petits échantillons), le récipient peut porter un numéro d'identification ou un nom relié à un formulaire renfermant tous les renseignements voulus.

L'étiquette doit être apposée de telle sorte qu'elle reste bien en place. Si elle est apposée sur le couvercle du récipient, il en faudra une autre, identique, sur le récipient lui-même. On devra s'assurer que les renseignements sont écrits à l'encre indélébile et qu'ils ne s'effaceront pas pendant le transport ou l'entreposage.

Tous les récipients à échantillon devraient être remplis (si possible) à ras bord afin de réduire au minimum le volume d'air libre sauf si on s'attend à une expansion de l'échantillon (p. ex, échantillons d'argile exposés à l'humidité). On trouvera au tableau H.1 de l'annexe H une liste des types de récipients recommandés pour les échantillons destinés à des essais biologiques.

3.8 Transport des échantillons

En attendant d'être expédiés au laboratoire, tous les échantillons devraient être entreposés dans l'obscurité et à l'abri des intempéries (comme la pluie et le vent) et d'une chaleur extrême; ils ne doivent pas non plus être submergés, s'assécher ou geler. Ces mêmes conditions de base s'appliquent à leur transport. Les échantillons devraient être étiquetés et emballés adéquatement en vue de leur transport, en particulier si les récipients sont fragiles. Les gros récipients à échantillon peuvent être retenus ensemble par groupes, au moyen de film plastique d'emballage, et être empilés sur des plateformes pour leur transport.

Les petits échantillons peuvent être expédiés par avion (moyen recommandé si le temps de transport doit être réduit au minimum) ou par voie terrestre. Les gros échantillons (de 20 L, p. ex.) doivent habituellement être expédiés par voie terrestre (camion, autobus ou train). S'ils doivent être conservés au froid pendant leur transport, on peut faire appel à une entreprise disposant de véhicules réfrigérés ou louer de tels véhicules. Autres facteurs à prendre en considération dans le transport des échantillons :

- Les échantillons renfermant des contaminants stables et dont la biodisponibilité ou la spéciation sont peu susceptibles de changer entre le moment de l'échantillonnage et celui des essais (p. ex., contaminants organiques ou inorganiques météorisés) peuvent être transportés dans les conditions ambiantes et dans l'obscurité.
- Les échantillons renfermant des COV ou des contaminants instables (p. ex., des composés facilement biodégradables ou chimiquement réactifs) devraient être transportés au froid (p. ex., 4 ± 2 °C) et le temps de transport devrait être réduit au minimum.
- Les échantillons destinés à des essais microbiens devraient être conservés dans l'obscurité, avec circulation d'air libre (dans le cas d'essais dans des conditions aérobies) et au froid (p. ex., 4 ± 2 °C); il faudrait éviter leur compactage (ISO, 2006a).
- Les échantillons pour les analyses d'ADN/ARN devraient être congelés à l'aide de glace sèche et transportés au laboratoire dans des glacières renfermant de la glace sèche (ISO, 2006a).
- Les échantillons de sol intact (carottes) devraient être emballés et transportés avec soin pour éviter de perturber la structure originelle du sol (ISO, 2002b).

La documentation appropriée doit accompagner tous les envois d'échantillons, notamment le formulaire de *chaîne de conservation* (CDC) et tout document réglementaire connexe au transport de matières contaminées. Au besoin, une assurance devrait être prise en cas de perte ou de destruction des échantillons. Le formulaire de CDC (dont un exemple est fourni à l'annexe I) permet le suivi des échantillons depuis leur prélèvement jusqu'à leur réception au laboratoire.

Il devrait inclure les renseignements suivants (d'après USEPA, 1986, 2006) :

- renseignements sur le site (adresse, personne-ressource, numéro de téléphone);
- renseignements sur le client (nom et coordonnées) ou numéro du projet;
- numéro ou code d'identification de l'échantillon;
- date et heure du prélèvement des échantillons;
- volume ou masse des échantillons;
- brève description des échantillons, y compris le nom du ou des contaminants préoccupants;
- essai à exécuter;
- instructions spéciales sur la manipulation et la préparation des échantillons et sur les essais à exécuter, y compris, le cas échéant, sur les sous-échantillons à prélever aux fins d'analyses chimiques;
- mesures spéciales de sécurité;
- conditions du transport;
- nom (en lettres moulées) et signature de toutes les personnes qui reçoivent et cèdent les échantillons (y compris les services de messagerie), heure et date des transferts de tous les échantillons;
- nom et numéro de téléphone de l'entreprise de transport (p. ex., service de messagerie).

Le formulaire de CDC est signé chaque fois que les échantillons changent de main, et les personnes qui les cèdent et celles qui les acceptent en conservent une copie. Il faut veiller à documenter tout changement dans la CDC des *échantillons judiciaires* (p. ex., ceux servant à établir la conformité aux règlements sur l'environnement). La documentation doit permettre de prouver que l'intégrité des échantillons a été préservée entre le moment du prélèvement et le moment des essais. Dans l'intervalle, les échantillons doivent être sous la garde physique de la dernière personne dont le nom apparaît sur le formulaire de CDC ou être conservés sous clé. Chaque fois qu'un échantillon est reçu ou cédé, la personne responsable de sa garde doit fournir un document signé (USEPA, 2006).

Si la concentration du ou des contaminants des échantillons est suffisamment élevée pour que le sol soit considéré comme une marchandise dangereuse aux termes de la *Loi sur le transport des marchandises dangereuses*, administrée par Transport Canada, la documentation qu'exige le règlement d'application de cette loi doit être remplie et jointe aux échantillons (http://www.tc.gc.ca/fra/tmd/menu.htm). De plus, les échantillons doivent être étiquetés conformément à ce règlement d'application, et des plaques appropriées doivent être apposées sur tout véhicule qui les transporte. Si une tierce partie transporte les échantillons (p. ex., une entreprise de transport), le responsable du lieu d'échantillonnage doit s'assurer qu'elle se conforme à la loi précitée et à son règlement d'application (cette vérification devrait être effectuée pendant l'établissement du plan d'étude). La même consigne vaut pour les lois provinciales ou locales applicables au transport de marchandises dangereuses.

3.9 Réception et entreposage des échantillons au laboratoire

3.9.1 Réception des échantillons

Dès que le laboratoire d'essais toxicologiques reçoit les échantillons, il devrait remplir toute la documentation sur la CDC et en renvoyer une copie à la personne ayant procédé à l'échantillonnage. Le laboratoire devrait aussi inscrire les échantillons dans un registre, conformément aux modes opératoires normalisés pertinents et aux procédures d'AQ/CQ. Il faudrait attribuer au moins un code ou numéro d'identification unique à chaque échantillon et consigner la date de réception ainsi que le type (p. ex., sol), le volume et l'état de l'échantillon.

Le personnel de laboratoire devrait examiner immédiatement chaque échantillon et consigner les renseignements suivants dans le registre des entrées :

- température de l'échantillon;
- indications sommaires sur la teneur en humidité, la texture et la structure du sol;
- présence d'eau surnageante;
- présence d'invertébrés, de champignons ou de matière végétale indigènes;
- toute odeur forte, qu'elle soit d'origine chimique (p. ex., hydrocarbures) ou naturelle (p. ex., matière en décomposition ou indices de conditions anaérobies).

Ces renseignements aideront le personnel à déterminer quelles procédures appliquer à la préparation des échantillons avant les essais (si ces

procédures n'ont pas été précisées à l'avance). Le laboratoire devrait passer en revue les protocoles applicables en matière de santé et de sécurité, de même que toute instruction spéciale sur l'entreposage et la manipulation des échantillons fournie par le personnel ayant procédé à l'échantillonnage ou par le gestionnaire du lieu contaminé, idéalement avant la réception des échantillons.

3.9.2 Entreposage des échantillons

Les conditions et la durée d'entreposage des échantillons sont fonction de la nature du ou des contaminants du sol, de même que des exigences concernant les essais biologiques et les méthodes d'essai[28]. L'effet de l'entreposage sur la toxicité et les propriétés du sol dépend du ou des contaminants présents, des caractéristiques du sol ainsi que de la durée et des conditions d'entreposage, en particulier la température (Ehrlichmann et coll., 1997). Il faudrait donc discuter des conditions et de la durée d'entreposage des échantillons avec le laboratoire dès l'étape de la planification de l'étude; on devrait tenir compte des objectifs de l'étude, des OQD, des conditions du sol et de sa contamination.

Il convient de procéder à la préparation des échantillons, à leur conditionnement (au besoin) et aux essais le plus tôt possible après leur réception. Les échantillons renfermant des COV ou des contaminants instables (p. ex., des composés facilement biodégradables ou chimiquement réactifs) devraient être entreposés au froid (p. ex., 4 ± 2 °C) et dans l'obscurité et être soumis aux essais le plus tôt possible. Toutefois, s'ils renferment des contaminants stables et dont la biodisponibilité ou la spéciation sont peu susceptibles de changer entre le moment de l'échantillonnage et celui des essais (p. ex., contaminants organiques ou inorganiques météorisés), ils peuvent être entreposés plus longtemps (p. ex., >6 semaines) à la température ambiante (p. ex., 20 ± 3 °C). De plus :

- les échantillons ne devraient pas geler, même partiellement, pendant l'entreposage (sauf s'ils étaient congelés ou qu'ils l'ont été au moment du prélèvement);
- ils devraient être entreposés dans des récipients étanches à l'air afin de prévenir la modification de leur teneur en eau;
- pendant l'entreposage, le pH du sol change (rapidement dans certaines conditions); si on prévoit que ce changement aura une influence inacceptable sur les résultats des essais, on devrait procéder aux essais le plus tôt possible (Slattery et Burnett, 1992; Prodromou et Pavlatou-Ve, 2006);
- si les échantillons n'ont pas été asséchés avant leur arrivée, ils devraient être entreposés au froid (p. ex., 4 ± 2 °C) et/ou séchés à l'air et tamisés le plus tôt possible (v. 3.10.3.1 et 3.10.3.3); ceci est particulièrement important dans le cas des sols humides renfermant beaucoup de matière organique – il faut arrêter la croissance et les activités de dégradation des champignons et/ou des bactéries indigènes du sol, car leur prolifération dans un échantillon peut influer fortement sur la performance des organismes expérimentaux;
- si les échantillons renferment des contaminants ou des constituants photosensibles, ils doivent être entreposés dans l'obscurité ou dans des récipients qui absorbent la lumière (ISO, 2002a);
- il a été démontré que la conductivité électrique, le pH, les macronutriments (P, K, Mg et Ca), le chlore, le sulfate, le fluorure, le cyanure et le sulfure, les contaminants organiques non volatils et les métaux traces des échantillons séchés à l'air sont stables après entreposage à la température ambiante pendant 6 mois et jusqu'à ≥7 ans (ISO, 2007a);
- l'azote du sol et ses diverses formes organiques et inorganiques peuvent fluctuer, étant donné que l'activité biologique dans l'échantillon fluctue elle aussi en réaction aux changements dans l'aération, la température et l'humidité; si la minéralisation de l'azote ou l'oxydation de l'ammonium doit faire l'objet de tests, ou si on s'attend à ce que la fertilité du sol influe fortement sur les résultats des essais, les échantillons devraient être entreposés à l'état congelé lorsque les essais microbiens (v. 3.9.2.1) ou toxicologiques ne peuvent être exécutés immédiatement (p. ex., dans ≤4 jours) (ISO, 2007a; Drury et coll., 2008a);
- les sols de référence séchés à l'air peuvent être entreposés à la température ambiante pour une période indéfinie (ISO, 2007a), mais il peut survenir avec le temps des changements notables

[28] Dans les méthodes d'essai d'Environnement Canada avec des vers de terre, des plantes et des collemboles (SPE 1/RM/43, 45 et 47, respectivement), il est recommandé de procéder aux essais dans les deux semaines et, obligatoirement, au plus tard dans les six semaines suivant le prélèvement, sauf s'il a été établi que le ou les contaminants sont anciens et/ou météorisés et, donc, jugés stables.

dans la minéralisation de l'azote (Sheppard et Addison, 2008), et le pH du sol peut changer.

3.9.2.1 Entreposage des échantillons destinés à des essais microbiens

Des exigences spéciales s'appliquent aux méthodes et à la durée d'entreposage des échantillons de sol destinés à des essais microbiens (ISO, 2006a) :

- si les essais ne peuvent être exécutés le plus tôt possible après l'échantillonnage (p. ex., 4-7 jours), les échantillons devraient être préparés avant leur entreposage (v. 3.10.2);
- l'entreposage à 4 ± 2 °C ne devrait pas excéder 3 mois, sauf s'il est évident que l'activité microbienne se poursuit;
- les échantillons devraient être entreposés dans l'obscurité (pour éviter la croissance d'algues) avec circulation d'air libre (pour empêcher l'apparition de conditions anaérobies); on considère qu'un sac en polyéthylène attaché de manière lâche convient pour l'entreposage;
- les échantillons ne devraient pas être empilés ni être trop volumineux, car des conditions anaérobies pourraient apparaître à la base de l'échantillon;
- les échantillons ne doivent pas s'assécher ni être saturés d'eau pendant l'entreposage;
- si les échantillons doivent être entreposés pendant ≥3 mois, ils peuvent l'être à -20 °C pendant ≤12 mois; toutefois, cette façon de procéder n'est généralement pas recommandée, car la congélation peut provoquer des changements notables et à long terme dans l'abondance et l'activité microbiennes (ISO, 2007a; Sheppard et Addison, 2008);
- les analyses d'ADN/ARN ou de l'activité enzymatique devraient être exécutées dès la réception des échantillons; si cela n'est pas possible, on peut :

– entreposer à -20 °C, pendant 1-2 ans, les échantillons à soumettre à des analyses d'ADN, des acides gras des phospholipides et de l'activité de la déshydrogénase;

– après surgélation ultrarapide avec de l'azote liquide, entreposer à -80 °C, pendant 1-2 ans, les échantillons à soumettre à des analyses d'ARN.

3.10 Préparation des échantillons de sol

Le type d'essai biologique à exécuter, le type de sol et l'état des échantillons à leur arrivée au laboratoire dictent l'ampleur et la nature des procédures de préparation des échantillons. La figure 19 apparaissant à la fin de la présente section illustre le processus décisionnel entourant cette préparation, depuis la réception des échantillons jusqu'à la mise en route des essais.

3.10.1 Préparation des échantillons de sol non perturbé pour les essais sur des carottes de sol intact

La plupart des essais biologiques (y compris les essais toxicologiques monospécifiques avec des plantes et des invertébrés) peuvent être exécutés sur des échantillons de sol non perturbé ou intact. Les paramètres mesurés sont souvent les mêmes, mais le schéma expérimental (p. ex., nombre de réplicats et d'organismes par réplicat, volume de sol par enceinte expérimentale) peut différer grandement. À leur arrivée au laboratoire, les carottes de sol intact devraient être entreposées immédiatement au froid (p. ex., 4 ± 2 °C) et ne pas être perturbées avant les essais, qui devraient par ailleurs être exécutés le plus tôt possible. Elles ne devraient pas être congelées, car le gel et le dégel altéreront la structure du sol et influeront fortement sur l'activité microbienne. En principe, la manipulation et la préparation des échantillons de sol intact devraient être réduites au minimum afin que les particules du sol et la structure des pores demeurent le plus semblables possible à ce qu'elles étaient *in situ*.

Pour les essais toxicologiques monospécifiques sur des échantillons de sol non perturbé (p. ex., carottes de sol intact), le degré de préparation varie selon les objectifs de l'étude – il faut parfois enlever la matière végétale indigène de la surface de la carotte et remanier légèrement cette surface pour faciliter l'insertion des graines de plantes (Moody, 2006; EC et SRC, 2007).

3.10.2 Préparation des échantillons de sol perturbé destinés à des essais microbiens

Les paragraphes qui suivent renferment des recommandations sur la préparation des échantillons de sol perturbé destinés à des essais microbiens, y compris les essais en microcosme dont les paramètres sont la fonction, la biomasse ou la diversité microbienne.

Une fois consignés adéquatement dans le registre du laboratoire d'essais, les échantillons devraient être préparés le plus tôt possible. Les modes opératoires recommandés qui suivent sont tirés de diverses sources, dont ISO (2006a) et Sheppard et Addison (2008) :

- enlever la végétation, les gros spécimens de pédofaune et les pierres (si cela n'a pas été fait sur le terrain);
- tamiser le sol avec un tamis à mailles de 2 mm de diamètre (pour maintenir les conditions aérobies du sol);
- si le sol renferme beaucoup de matière organique (p. ex., tourbe) et qu'il ne peut être tamisé à son humidité au champ (teneur en humidité de l'échantillon à son arrivée au laboratoire) à l'aide d'un tamis à mailles de 2 mm de diamètre, employer un tamis à mailles de 5 mm de diamètre;
- si l'humidité au champ est telle qu'elle empêche tout tamisage, sécher le sol à l'air, à la température ambiante, jusqu'à ce qu'il soit « maniable » (v. 3.10.3.1);
- éviter si possible le séchage à l'air, car le séchage et l'humectation peuvent provoquer des changements significatifs dans la dynamique du carbone et de l'azote microbiens; ces procédures de séchage et d'humectation, qui sont couramment utilisées dans la préparation des sols et leur préincubation par humectation, peuvent modifier notablement les taux de respiration, l'efficacité de l'utilisation de la ou des substances, le potentiel de nitrification, la biomasse microbienne ainsi que les teneurs en nitrate et en ammonium des échantillons, et ces modifications peuvent persister pendant ≥1 mois après le stress (Fierer et Schimel, 2002); la ré-humectation après séchage peut aussi occasionner des flambées respiratoires et la croissance de populations bactériennes distinctes (ISO, 2006a); il est donc recommandé de procéder aux essais le plus tôt possible après le prélèvement des échantillons – on évite ainsi d'avoir à assécher puis à humecter les échantillons;
- pour favoriser le séchage uniforme du sol, l'étaler puis le désagréger à la main et le retourner fréquemment afin d'éviter un séchage excessif;
- ne pas sécher à l'air un sol soumis à des analyses d'ADN (v. 3.10.3.1), car cela modifiera sa composition microbienne (Topp et coll., 2008);
- homogénéiser soigneusement les échantillons de sol après tamisage (Bailey et coll., 2008);
- éviter de broyer ou de concasser les échantillons de sol (Drury et coll., 2008b);
- il est recommandé d'utiliser des carottes de sol intact plutôt que des échantillons en vrac pour évaluer la nitrification, étant donné que, du moins dans certains cas, de légers impacts sur la structure du sol peuvent accroître notablement la quantité de nitrate extractible (Drury et coll., 2008a).

Une fois les échantillons préparés ou sortis des récipients d'entreposage, on devrait les préincuber afin de permettre la germination (et l'enlèvement) des graines et de rétablir l'équilibre métabolique microbien que l'échantillonnage et/ou l'entreposage ont pu altérer (ISO, 2006a; Sheppard et Addison, 2008). Les conditions de préincubation devraient être le plus semblables possible aux conditions de l'essai. La durée de la préincubation dépend du type d'essai, du type de sol et des conditions d'entreposage; des durées de 2-28 jours sont considérées comme acceptables (ISO, 2006a).

3.10.3 Préparation des échantillons de sol perturbé aux fins d'essais toxicologiques

Les paragraphes qui suivent renferment des recommandations sur la préparation des échantillons de sol perturbé soumis à des essais autres que microbiens. Les utilisateurs de la présente méthode devraient garder à l'esprit que toute préparation du sol peut influer notablement sur les résultats des essais biologiques. Comme pour l'entreposage, il n'existe pas de méthode unique convenant à tous les types de sols, de contaminants et de conditions du sol ou aux objectifs de toutes les études. Il existe toutefois des méthodes courantes, qui sont décrites ci-après. La préparation du sol a pour but de réduire au minimum la perturbation des échantillons tout en rendant le sol apte aux essais, et ce, sans entraver les objectifs de l'étude et les OQD. Tout comme dans le cas des procédures d'échantillonnage et d'entreposage, il faudrait documenter adéquatement les procédures de préparation du sol.

3.10.3.1 Séchage du sol

Il pourrait être nécessaire d'assécher l'échantillon de sol dans les cas suivants :

- sol trop humide pour être homogénéisé;
- sol trop humide pour être tamisé (s'il faut le tamiser);
- présence d'eau surnageante;
- sol très humide et présence de conditions anaérobies (sauf si ces conditions sont souhaitables pour l'essai);

- sol très humide présentant une TMO élevée et ne pouvant pas être mis à l'essai immédiatement (du fait qu'il faut empêcher la prolifération de champignons et de bactéries indigènes).

Il ne faut pas assécher le sol si :

- la méthode ou les objectifs de l'étude exigent que l'humidité au champ de l'échantillon soit maintenue pour l'essai.

Le sol devrait être séché à l'air, à la température ambiante, jusqu'à ce que sa teneur en humidité soit suffisamment abaissée pour le rendre maniable. La teneur en humidité d'un sol maniable se situe généralement entre ce qu'elle était au champ et ce qu'elle serait si le sol était complètement séché à l'air (l'humidité du sol serait alors en équilibre avec celle de l'air ambiant). Un tel sol ne produit pas de poussière lorsqu'il est tamisé et/ou il peut être homogénéisé entièrement. Un sol ne devrait pas être complètement séché à l'air ni être asséché au four, même partiellement, car cela entraînerait diverses réactions dans le sol : la mort ou la sénescence de la *microfaune* et de la flore; la concentration, la précipitation ou la coagulation des contaminants dissous dans l'eau de porosité; une matière organique solide qui se déforme, qui devient hydrophobe et/ou qui expose les surfaces minérales sous-jacentes (Sheppard et Addison, 2008).

Pour sécher le sol à l'air :

- étaler le sol sur une toile épaisse en plastique polyéthylène ou polypropylène ou sur une surface en acier inoxydable propre, et le laisser sécher jusqu'à ce qu'il puisse être tamisé/homogénéisé (c.-à-d. qu'il devienne maniable); prévoir suffisamment d'espace entre le sol et le bord de la surface de travail afin d'éviter la contamination venant d'autres sources;

- le séchage peut prendre entre 1 h et 5 jours, selon la teneur en humidité du sol, l'épaisseur et la texture du sol étalé ainsi que la température et l'humidité de la pièce;

- pendant le séchage du sol, veiller à ce que la pièce soit protégée de toute perturbation, poussière et/ou contamination;

- si la teneur en argile est élevée, s'assurer que l'échantillon ne s'assèche pas complètement, car il deviendrait alors très cohésif, dur et difficile à manier; surveiller fréquemment les échantillons de sol argileux afin qu'ils ne s'assèchent pas trop (p. ex., en tamiser souvent de petites quantités pendant le séchage);

- si l'échantillon est saturé d'eau à son arrivée au laboratoire (figure 15a) (p. ex., présence d'eau surnageante, ce qui est fréquent quand un sol est prélevé à l'état congelé ou sur un site où la nappe phréatique est élevée), étaler le sol sur une toile épaisse en plastique (figure 15c) ou dans un récipient plat, propre et suffisamment grand pour que l'air circule; si possible, incorporer l'eau surnageante dans l'échantillon étalé;

- si la quantité d'eau surnageante est telle qu'elle ne peut être incorporée en une fois dans l'échantillon :

  - décanter l'eau avant d'étaler le sol (figure 15b);
  - entreposer cette eau au froid (p. ex., 4 ± 2 °C) dans un récipient en verre;
  - assécher puis tamiser le sol, comme il est indiqué en 3.10.3.3;
  - étaler de nouveau le sol sur une toile en plastique ou une surface en acier inoxydable et y incorporer le plus d'eau possible;
  - assécher le sol encore une fois — ne pas le tamiser —, l'homogénéiser (v. 3.10.3.5) et y incorporer le plus d'eau restante possible;
  - répéter les étapes qui précèdent jusqu'à ce que toute l'eau décantée ait été incorporée dans le sol, puis homogénéiser le sol encore une fois.

In situ, les sols sont généralement assujettis à des cycles d'humidification et d'assèchement. En conséquence, le séchage d'un échantillon de sol à l'air afin de le rendre maniable (p. ex., d'une teneur en humidité plus représentative de l'humidité au champ) est une technique courante de préparation du sol et est généralement considérée comme défendable pour les essais toxicologiques (dans le cas des essais microbiens, voir les mises en garde faites plus tôt concernant cette pratique) (Sheppard et Addison, 2008).

3.10.3.2 Humectation

Il pourrait être nécessaire d'humecter le sol si l'échantillon :

- est trop sec pour être préparé aux fins de l'essai;

- est tellement sec que l'inhalation de petites particules au cours de la manipulation ou de l'essai présente un risque pour la santé humaine.

Les échantillons devraient être humectés avec de l'eau purifiée seulement (p. ex., *eau désionisée* ou traitée par osmose inverse) afin d'éviter l'introduction de cations et d'anions (dont le Cl^-) ou de métaux traces (p. ex., Cu^{2+}) dans le sol. Ces constituants de l'eau du robinet sont des artefacts pouvant modifier la conductivité électrique, le pH ou les concentrations de métaux du sol, ce qui risque d'influer sur la performance des organismes expérimentaux. La réhumectation doit s'effectuer lentement et par étapes; l'hystérésis de l'humidité du sol peut avoir pour résultat une capacité de rétention d'eau moins élevée que prévu, et il faut prendre garde de ne pas trop humecter le sol aux fins de sa préparation ou des essais.

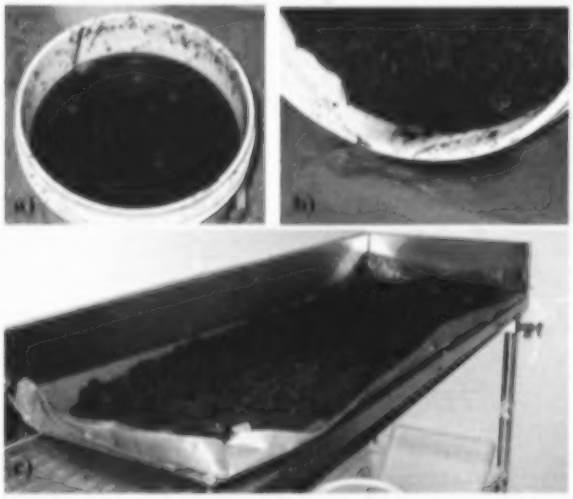


Figure 15. Échantillon a) saturé d'eau à son arrivée au laboratoire; b) en décantation; c) séché à l'air au laboratoire, sur une toile en plastique propre, jusqu'à ce qu'il soit maniable (photos : J. Princz)

Les échantillons de sol peuvent être humectés comme suit :

- vaporisation d'eau purifiée sur l'échantillon étalé sur une surface plane, puis homogénéisation manuelle sur cette même surface, ou encore manuelle ou mécanique dans un bol ou un seau;
- versement d'eau purifiée, par petites quantités à la fois, sur l'échantillon étalé sur une surface plane, puis homogénéisation manuelle sur cette même surface, ou encore manuelle ou mécanique dans un bol ou un seau (v. 3.10.3.5);
- vaporisation d'eau purifiée sur la surface de l'échantillon placé dans une enceinte expérimentale;
- à l'aide d'une pipette, ajout d'eau purifiée, par petites quantités à la fois, au sol placé dans une enceinte expérimentale;
- saturation, avec de l'eau purifiée, d'un papier filtre placé sur le sol que contient une enceinte expérimentale (procédure recommandée pour les sols à texture très fine afin d'éviter la formation d'une croûte superficielle).

Une fois le sol humecté, on devrait le laisser s'équilibrer avec l'eau purifiée pendant ≥24 h avant l'essai.

3.10.3.3 Tamisage

Il pourrait être nécessaire de tamiser le sol si l'échantillon :

- renferme du chaume, des racines ou des spécimens visibles d'espèces fauniques ou floristiques non souhaitables ou en grande quantité;
- renferme des pierres ou des roches trop grosses pour l'essai (p. ex., ≥6 mm de diamètre);
- présente une agrégation hétérogène (p. ex., petites et grosses mottes de sol);
- présente une texture ou une distribution de matière organique visiblement hétérogène;
- renferme des agrégats de >6-10 mm de diamètre;
- a une structure qui ne se prête pas à l'essai (p. ex., échantillon constitué de fragments d'argile de la couche superficielle ou subsuperficielle d'un sol).

Il ne faut pas tamiser le sol si l'échantillon :

- a déjà été tamisé sur le terrain (à confirmer avec le personnel de terrain);
- présente une texture granulaire optimale pour l'essai (EC, 2004a, 2005a, 2007a).

On utilise généralement des tamis à maille de 2, 4, 6, 8 ou 10 mm de diamètre pour tamiser le sol par voie sèche (Zagury et coll., 2002; ISO, 2006a; Sheppard et Addison, 2008). Ceux à mailles de 2 mm de diamètre constituent la norme, étant donné que toutes les fractions de sol (sable, limon et argile) ont un diamètre de ≤2 mm, mais ils peuvent parfois être contraignants aux fins des essais biologiques. Lorsqu'on prépare un sol, on doit perturber

l'échantillon le moins possible. L'utilisation d'un tamis à mailles de 2 mm de diamètre exige habituellement que la teneur en humidité du sol soit abaissée davantage que si le diamètre des mailles était plus grand. Il faudrait maintenir l'agrégation du sol de l'échantillon le plus près possible de ce qu'elle était *in situ*, ce que permet un tamis à plus grosses mailles. De plus, le ou les contaminants du sol peuvent être associés à des particules ou à des objets du sol de >2 mm de diamètre; l'enlèvement de ces particules ou objets pourrait introduire un biais en réduisant la contamination du sol (Mason, 1992). Ceci est particulièrement important lorsque la contamination prend la forme de grosses particules de taille non uniforme (p. ex., résidus de matière explosive) ou que le ou les contaminants (p. ex., des métaux) sont étroitement associés aux racines ou à d'autres matières végétales de >2 mm de diamètre. Par contre, si les grosses particules sont conservées dans l'échantillon, cela pourrait diluer la contamination associée à des particules de ≤2 mm de diamètre. Le tamisage du sol avec un tamis à mailles de 4-10 mm de diamètre représente un compromis entre le maintien maximal de l'intégrité de l'échantillon et la capacité d'homogénéiser complètement le sol aux fins des essais biologiques. Le diamètre des mailles dépend du type de sol, de sa contamination, de sa TMO et de sa teneur en humidité ainsi que du type de matière organique. La taille choisie doit permettre de satisfaire aux objectifs de l'étude et aux OQD. Il faudrait tamiser le sol avec soin afin de réduire au minimum la perte de sol et la production de poussière. On devrait utiliser des tamis à mailles en acier inoxydable.

Le laboratoire reçoit parfois des échantillons de sol subsuperficiel argileux sous forme de gros fragments humides et très cohésifs (pelletées d'argile) (figure 16a). Il n'est pas rare que des essais écotoxicologiques soient effectués sur des sols subsuperficiels très argileux ayant été contaminés par des activités de forage pétrolier et gazier. Les échantillons de sol argileux humides sont très cohésifs et ne peuvent être tamisés ou homogénéisés. Ils doivent être préparés comme suit :

- étaler le sol sur une toile en plastique (v. plus haut);
- fractionner à la main les fragments en agrégats de ~0,5-2 cm de diamètre (figure 16c), puis assécher le sol jusqu'à ce qu'il soit maniable (v. 3.10.3.1);
- tamiser le sol (figure 16d) (v. 3.10.3.3) et/ou l'homogénéiser (v. 3.10.3.5), selon les objectifs de l'étude.

Le fractionnement manuel du sol en agrégats de 0,5-2 cm de diamètre est extrêmement chronophage et exigeant en main-d'œuvre, mais il permet d'éviter de sécher le sol à l'air et de le concasser ou de le broyer. Le séchage à l'air et le concassage/broyage sont plus efficaces et plus économiques et donnent un échantillon plus homogène, mais ils ne conviennent pas aux sols argileux contaminés par des COV.

Dans certains cas, il est préférable de broyer plutôt que de fractionner à la main les gros fragments d'argile subsuperficielle sèche avant de tamiser le sol (v. 3.10.3.4 ci-après pour une description des techniques recommandées).

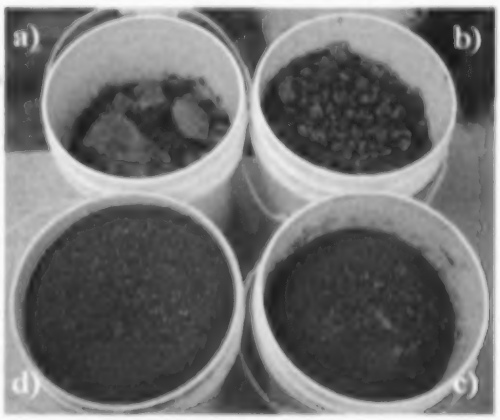


Figure 16. Échantillons de sol subsuperficiel argileux très cohésif a) à leur arrivée au laboratoire; b) fractionnés à la main en agrégats de ~5 cm de diamètre; c) fractionnés à la main en agrégats de 0,5-2 cm de diamètre; d) tamisés pour obtenir des agrégats de ≤0,6 cm de diamètre (photo : G. Stephenson)

3.10.3.4 Concassage ou broyage

Il pourrait être nécessaire de concasser, broyer ou moudre les échantillons de sol dans les cas suivants :

- l'échantillon est très difficile à homogénéiser par tamisage à cause de sa structure (p. ex., sol argileux);
- le tamisage ne donne pas l'homogénéisation souhaitée;
- le tamisage ne permet pas l'homogénéisation souhaitée du chaume ou de la matière organique dans l'échantillon.

En règle générale, on doit éviter de broyer les échantillons de sol. Le broyage est une technique de préparation très agressive qui détruit complètement la structure et l'agrégation du sol. Il modifie également la surface active du sol, la minéralisation microbienne, la disponibilité des nutriments et la biodisponibilité des contaminants plus que ne le ferait le tamisage (Sheppard et Addison, 2008). Toutefois, le broyage est parfois souhaitable, et même nécessaire, afin que le sol puisse être soumis aux essais.

S'il est impossible de tamiser le sol organique ou la matière organique et le chaume présents dans un échantillon de sol minéral, même à l'aide d'un tamis à grosses mailles (p. ex., 10 mm de diamètre), on peut broyer les échantillons au moyen d'un moulin à lames (Sheppard et Addison, 2008). Pour éviter l'introduction de métaux dans l'échantillon pendant ces opérations, le laboratoire devrait utiliser un équipement en acier au carbure. Il convient de confirmer que c'est le cas avant de demander au laboratoire de procéder aux analyses.

Comme il est indiqué en 3.10.3.3, la préparation d'échantillons de sol à forte teneur en argile peut être particulièrement difficile. Souvent, ces échantillons sont constitués de gros fragments d'argile très dure qui ne peuvent être tamisés ou homogénéisés (figure 16a). Toutefois, ils peuvent être préparés par concassage ou broyage.

Pour concasser le sol :

- étaler le sol sur une toile en plastique polyéthylène ou polypropylène ou sur une surface en acier inoxydable;
- fractionner à la main tout gros fragment qui se détache assez facilement (figure 16b);
- laisser le sol sécher complètement à l'air;
- à l'aide d'un marteau ou d'un maillet, concasser les fragments en agrégats de ~0,5-2 cm de diamètre (figure 17) – l'échantillon est maintenant prêt à être homogénéisé (v. 3.10.3.5).

Pour broyer le sol :

- étaler le sol sur une toile en plastique polyéthylène ou polypropylène ou sur une surface en acier inoxydable;
- fractionner à la main tout gros fragment qui se détache assez facilement (figure 16b);
- laisser le sol sécher complètement à l'air;
- à l'aide d'un marteau ou d'un maillet, concasser les fragments en agrégats de ~5-7 cm de diamètre (figures 17 et 18a);
- à l'aide d'un broyeur à argile mécanique, broyer les fragments d'argile séchée (figure 18b) – l'échantillon finement broyé (figure 18c) est maintenant prêt à être homogénéisé (v. 3.10.3.5).

La méthode à privilégier pour préparer les échantillons de sol argileux sec est le concassage, qui est moins agressif que le broyage. De plus, les sols concassés conservent leur structure agrégée, ce qui les rend plus faciles à humecter au moment des essais biologiques. Le plus souvent, les sols broyés ont une consistance poudreuse et il peut être difficile de les réhumecter, sauf si on procède par étapes et avec soin. Cependant, le concassage est plus exigeant en main-d'œuvre et plus chronophage. Le broyage est plus efficace et peut donner un échantillon beaucoup plus homogène que le concassage. Le choix entre le concassage et le broyage est fonction du ou des contaminants présents et des objectifs de l'étude, et tous les chercheurs devraient en discuter dès les premières étapes de l'étude.

3.10.3.5 Homogénéisation

Il pourrait être nécessaire d'homogénéiser le sol si l'échantillon :

- est hétérogène et qu'on souhaite réduire son hétérogénéité;
- est un échantillon composite;
- est un échantillon de sol perturbé.

En règle générale, tous les échantillons de sol perturbé devraient être homogénéisés au laboratoire avant les essais, même si on considère que leurs propriétés et leur contamination sont homogènes, car les fractions particulaires ont tendance à se tasser pendant le transport des échantillons, en particulier s'il s'agit de sols non cohésifs très secs (p. ex., sols sableux secs) (ISO, 2002a). Les particules se répartissent par taille, les plus petites migrant vers le fond du récipient et les plus grosses restant sur le dessus. Cette ségrégation spatiale se produit aussi pendant l'entreposage, mais à un degré nettement moindre; c'est pourquoi il est recommandé d'homogénéiser les échantillons juste avant les essais (Mason, 1992).

Il existe diverses méthodes d'homogénéisation des échantillons de sol, dont les suivantes :

Pliage (ISO, 2007a)

- convient à de petits volumes (0,5-10 L);
- étaler le sol en une couche fine sur une toile en plastique mince;
- plier la couche de sol avec la toile et étaler le sol de nouveau;
- répéter plusieurs fois.

Mélange

- convient à des volumes allant de moyens à gros (20-60 L);
- verser le sol du récipient à échantillon en formant un cône au milieu d'une toile épaisse en plastique polyéthylène ou polypropylène ou sur une surface en acier inoxydable;
- étaler le sol en une couche dont l'épaisseur ne dépasse pas la hauteur de l'outil qui servira au mélange;
- diviser le sol en quatre quarts égaux à l'aide d'une pelle ou d'un autre outil rigide;
- mélanger chaque quart à la main ou à l'aide d'une truelle, d'un râteau ou de tout autre outil convenable, pendant le même laps de temps (p. ex., 2-5 min);
- transférer la totalité du sol dans un grand récipient plat comportant un rebord, des lèvres ou des côtés afin que le mélange se fasse sans déversement ou dispersion;
- homogénéiser soigneusement la totalité de l'échantillon à la main ou à l'aide d'un râteau ou de tout autre outil convenable, pendant le temps prescrit (p. ex., 2-5 min).

Mise en cône (d'après ISO, 2006d)

- convient à des volumes allant de moyens à gros (20-100 L);
- verser le sol du récipient à échantillon en formant un cône au milieu d'une toile épaisse en plastique polyéthylène ou polypropylène ou sur une surface en acier inoxydable;
- à l'aide d'une pelle, enlever systématiquement le sol de la base du cône et former un deuxième cône en transférant le sol sur le sommet de celui-ci;
- répéter deux fois.

3.10.3.6 Reconstitution

Il pourrait être nécessaire de reconstituer un sol dans les cas suivants :

- l'eau surnageante a été décantée pendant la préparation du sol;
- des portions (p. ex., chaume) de l'échantillon ont été enlevées pendant la préparation du sol, mais elles doivent être mises à l'essai en même temps que le sol;
- les horizons pédologiques desquels des échantillons individuels ont été prélevés sont mis à l'essai sous forme de couches restratifiées dans une même enceinte expérimentale.

Si l'eau surnageante a été décantée et qu'elle a été entreposée au froid (conformément au mode opératoire) en attendant que l'échantillon soit séché et tamisé, il faudrait reconstituer le sol avec cette eau (v. 3.10.3.1).

Lorsque la contamination du sol est associée aux horizons pédologiques organiques [p. ex., horizons L, F et H de sols forestiers, ou couche organique superficielle (horizon O)] de cryosols du nord du Canada, le sol mis à l'essai devrait renfermer toute la matière organique d'origine, et ce, par mesure de prudence. Toutefois, le tamisage a pu enlever une grande quantité de chaume, de racines et d'autre matière organique. Pour que la matière végétale tamisée puisse être réincorporée dans l'échantillon, il faut d'abord la broyer (p. ex., à l'aide d'un moulin à lames; v. 3.10.3.4), la pulvériser (p. ex., à l'aide d'un appareil commercial ou domestique) ou la hacher (à la main ou à l'aide d'un appareil commercial ou domestique). Une fois l'échantillon séché, tamisé et homogénéisé, on peut réincorporer la matière organique traitée dans l'échantillon et réhomogénéiser celui-ci (v. 3.10.3.5).

Par défaut, un sol contaminé destiné à des essais biologiques devrait être prélevé par horizon pédologique et soumis aux essais par horizon également (ISO, 2002a, 2006a; EC, 2003a). Si plus d'un horizon est contaminé, la reconstitution des différents horizons pédologiques dans une enceinte expérimentale constitue un système d'essai écologiquement pertinent pouvant fournir des données sur la distribution, la biodisponibilité et la toxicité du ou des contaminants par horizon, et sur les horizons que les organismes expérimentaux semblent préférer ou éviter. Cette façon de procéder permet aussi de réduire le volume de sol à prélever par horizon, ce qui peut représenter d'importantes économies de temps et de main-d'œuvre, étant donné que le volume dont on a besoin pour mener des essais sur des échantillons en vrac peut être très élevé. La profondeur à laquelle un horizon est reconstitué est propre à l'étude. Par exemple :

- si l'horizon superficiel est très mince, comme c'est le cas de certains sols forestiers du Canada, il est possible de superposer les horizons les plus élevés (p. ex., horizons F, H ou A) pour que leur profondeur corresponde à ce qu'elle était *in situ*;

Figure 17. Concassage à la main d'un sol subsuperficiel argileux séché à l'air en agrégats de ~0,5-2 cm de diamètre (photo : G. Stephenson)

- la profondeur de chaque couche de l'enceinte expérimentale pourrait correspondre à la profondeur relative observée sur le terrain;

- la profondeur de chaque couche pourrait être fixée en fonction des objectifs de l'étude [pour maximiser l'exposition des organismes expérimentaux à tous les horizons pédologiques (Moody, 2006; EC et SRC, 2007)].

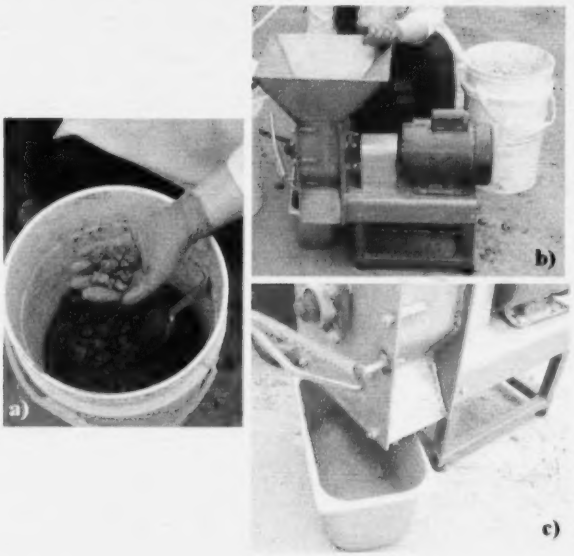


Figure 18. Concassage d'un sol argileux très cohésif a) à la main pour obtenir des agrégats de 5-7 cm de diamètre qui seront séchés complètement à l'air, puis b) broyage à l'aide d'un broyeur à argile en acier inoxydable en vue d'obtenir c) un échantillon de sol broyé très finement (photos : G. Stephenson)

Pour créer une enceinte expérimentale comportant des horizons multiples, on prépare chaque horizon individuellement (séchage, tamisage et homogénéisation, puis préparation conforme aux modes opératoires propres à la méthode d'essai biologique normalisée), et on transfère ensuite dans l'enceinte le volume ou la masse de sol requise. Chaque couche est superposée à l'autre soigneusement afin d'éviter tout mélange accidentel du sol des différents horizons. Environnement Canada est en train de mettre au point cette méthode d'essai multi-horizons, qui semble prometteuse pour les essais biologiques menés avec des plantes sur des sols très stratifiés (EC et SRC, 2007). Malheureusement, cette méthode ne s'applique pas aux invertébrés, qui se déplacent vers le bas dans le sol, jusqu'à la partie inférieure du récipient d'essai, peu importe l'horizon (EC, 2009).

Il est à noter que cette forme de préparation convient aux sols qui étaient stratifiés au moment du prélèvement des échantillons. Il est possible que le propriétaire ou le gestionnaire du site ait pris des mesures préliminaires d'assainissement, ce qui a pu perturber ou mélanger les horizons pédologiques naturels. Dans de tels cas,

l'échantillon devra être soumis aux essais en tant que sol mélangé et on ne tentera pas de reconstituer les différents horizons.

3.11 Caractérisation physique et chimique des sols

Afin de faciliter l'interprétation des résultats des essais biologiques et pour se conformer à certaines méthodes d'essai (comme celles d'Environnement Canada), il est recommandé d'analyser les caractéristiques physiques et chimiques suivantes de chaque échantillon de sol contaminé :

- composition granulométrique (pourcentage de sable, de limon et d'argile);
- COT[29];
- TMO;
- pH;
- conductivité électrique;
- capacité de rétention d'eau;
- azote total, nitrate (NO_3^-), nitrite (NO_2^-) et ammonium (NH_4^+);
- potassium phytodisponible et/ou potassium total;
- phosphore phytodisponible et/ou phosphore total;
- rapport C/N;
- capacité d'échange cationique;
- anions et cations majeurs (Na^+, K^+, Mg^{2+}, Ca^{2+}, Al^{3+}, S^{2-}, Cl^-);
- potentiel d'oxydoréduction;
- sels solubles;
- rapport d'adsorption du sodium;
- contaminants préoccupants;
- caractéristiques de la contamination (p. ex., odeur, coloration, débris, présence de carburant ou de solvant).

Il faut s'assurer que les méthodes d'analyse satisfont aux OQD ou y sont précisées. On trouvera dans Carter (1993) ainsi que dans Carter et Gregorich (2008) des conseils sur les diverses analyses de sol.

Comme il est indiqué en 3.6.2, on devrait soumettre chaque échantillon de sol de référence aux analyses suivantes :

- composition granulométrique (pourcentage de sable, de limon et d'argile);
- TMO;
- pH;
- conductivité électrique;
- fertilité :
  - azote total, nitrate (NO_3^-), nitrite (NO_2^-) et ammonium (NH_4^+);
  - potassium phytodisponible et/ou potassium total;
  - phosphore phytodisponible et/ou phosphore total;
  - rapport C/N (pour les essais microbiens).

Autres propriétés qui pourraient être incluses dans les analyses :

- capacité d'échange cationique;
- teneur en carbone total[29];
- carbone inorganique total;
- cations échangeables (Ca^{2+}, Mg^{2+}, Na^+, K^+);
- potentiel d'oxydoréduction;
- capacité de rétention d'eau.

Comme il est indiqué en 3.6.2, il est recommandé de procéder aux tests préalables suivants pour confirmer que le sol de référence n'est pas contaminé :

- insecticides organophosphorés;
- insecticides organochlorés;
- herbicides;
- métaux;
- HCP (y compris les HAP);
- autres contaminants préoccupants propres au site ou à la région.

Aussi, il est vivement recommandé de mesurer, au moins au début de l'essai toxicologique, la teneur du sol en contaminants préoccupants afin de confirmer les concentrations d'exposition. Ces dernières peuvent être différentes de celles prévues à partir des analyses de terrain en raison de la variation de la contamination *in situ* ainsi que des procédures de prélèvement ou de préparation des échantillons. Il est particulièrement important de mesurer les concentrations d'exposition des contaminants volatils et instables au début de tout essai biologique (v. section 4). On devrait également mesurer les concentrations d'exposition à la fin de l'essai et au moins à un moment précis (préférablement trois) pendant l'essai afin de documenter, le cas échéant, la dégradation du ou des contaminants et la diminution correspondante des concentrations d'exposition.

---

[29] On peut calculer le COT d'après la TMO en multipliant cette dernière par une constante du sol (USEPA, 2002c). Toutefois, comme la relation entre le COT et la matière organique varie légèrement d'un sol à l'autre, la teneur en COT devrait être déterminée également au moyen d'analyses de laboratoire.

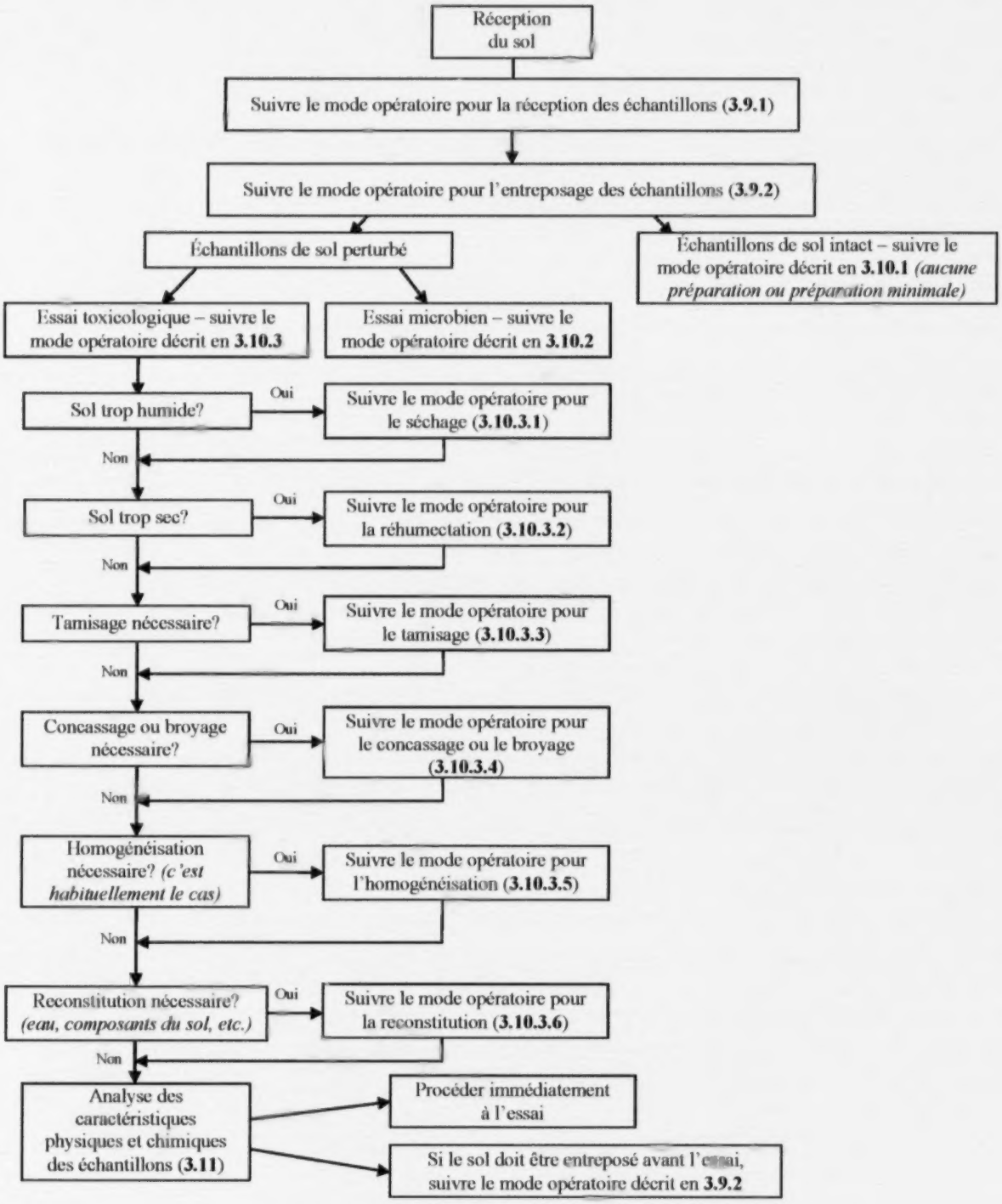


Figure 19. Résumé des procédures de préparation du sol (les sous-sections correspondantes apparaissent en caractère gras)

Modes opératoires particuliers pour la collecte, la manipulation et la préparation de sols contaminés par des composés volatils ou instables

Dans les essais sur des sols contaminés par des composés volatils, semi-volatils et/ou instables, il est primordial de réduire au minimum la perte de ces contaminants, que ce soit pendant l'échantillonnage et la manipulation des sols sur le terrain, pendant le transport des échantillons au laboratoire d'essais toxicologiques et pendant l'entreposage, la manipulation ou la préparation des échantillons au laboratoire même.

4.1 Recommandations générales

Les recommandations générales suivantes s'appliquent aux échantillons de sol contaminé par des composés volatils, semi-volatils et/ou instables:

- réduire au minimum le temps écoulé entre l'échantillonnage et l'essai biologique;
- réduire au minimum la volatilisation ou la dégradation des composés pendant l'échantillonnage, le transport, l'entreposage, la préparation et l'essai;
- veiller au maintien des conditions réduisant les possibilités de volatilisation (p. ex., entreposage au froid à 4 ± 2 °C) ou de dégradation (p. ex., échantillons entreposés dans l'obscurité et/ou conservés au froid pour réduire le plus possible l'activité microbienne);
- mesurer fréquemment les concentrations des composés volatils ou facilement dégradables afin de connaître l'ampleur des pertes et l'étape à laquelle elles surviennent pour la plupart;
- mesurer les concentrations des composés volatils ou facilement dégradables juste avant l'essai biologique afin de connaître exactement les concentrations initiales d'exposition;
- mesurer les concentrations des composés volatils ou facilement dégradables pendant toute la durée de l'essai.

Les échantillons contaminés par des composés volatils, semi-volatils ou instables ne devraient pas être regroupés, séchés à l'air ou au four, concassés, broyés, irradiés ou autoclavés; ils ne devraient pas non plus être enrichis avec des composés qui inhibent l'activité microbienne.

4.2 Prélèvements

Pour réduire au minimum la volatilisation ou la dégradation des composés pendant l'échantillonnage :

- les échantillons de sol non perturbé (carottes de sol intact) devraient être prélevés à l'aide d'un carottier à gaine ou à cylindre pouvant être fermé hermétiquement après l'extraction;
- si on n'utilise pas de carottier à gaine, extraire le sol de l'échantillonneur le plus rapidement possible et le transférer dans un récipient à échantillon imperméable (p. ex., pot en verre ou en plastique, contenant en acier inoxydable);
- le récipient contenant les carottes de sol devrait être fermé hermétiquement à l'aide d'un bouchon en Téflon[MC] ou entouré d'un ruban de Téflon[MC], puis enduit d'un scellant non réactif;
- une fois le récipient fermé hermétiquement, le conserver au froid dans une glacière renfermant des blocs réfrigérants;
- si les objectifs de l'étude le permettent, les échantillons peuvent être congelés à l'aide de glace sèche[30];
- les échantillons devraient être entreposés à l'abri de la lumière afin de réduire au minimum la photodégradation;
- si les échantillons sont contaminés par des composés semi-volatils météorisés, on peut prélever de petits échantillons de sol perturbé ou en vrac, mais il faudrait procéder rapidement, recueillir des sous-échantillons aux fins des analyses, fermer hermétiquement les récipients, les refroidir et les transporter immédiatement;
- dans le cas d'échantillons de sol perturbé, il faudrait remplir à ras bord les récipients à échantillon afin de réduire au minimum l'espace libre, sauf s'il s'agit d'échantillons de sol argileux – s'ils sont humides, ils peuvent augmenter de volume pendant le transport et briser les récipients en verre ou en plastique.

[30] Si on utilise de la glace sèche pour le transport des échantillons, ceux-ci devraient être emballés et étiquetés conformément à la *Loi sur le transport des marchandises dangereuses*.

4.3 Transport des échantillons

Pour réduire au minimum la volatilisation ou la dégradation des composés pendant le transport :

- les échantillons devraient être transportés au froid (p. ex., 4 ± 2 °C) dans une glacière ou à bord d'un véhicule réfrigéré;
- les échantillons destinés à des essais microbiens ne devraient pas être congelés, sauf s'ils ont été prélevés dans cet état;
- les échantillons de sol perturbé devraient être transportés dans des récipients fermés hermétiquement et étanches à l'air; on peut utiliser des seaux en acier inoxydable munis de couvercles à fermeture instantanée pour des volumes plus importants (p. ex., 10 L);
- les échantillons ne devraient jamais être exposés aux conditions ambiantes d'une plateforme de chargement.

Pour réduire au minimum le temps écoulé entre l'échantillonnage et l'essai biologique :

- les échantillons devraient être expédiés au laboratoire d'essais toxicologiques ou d'analyse par le moyen le plus rapide – habituellement par avion, puis par service de messagerie;
- il faut s'assurer que l'échantillonnage n'est pas exécuté un vendredi ou la veille d'un congé car, en attendant que le laboratoire rouvre ses portes, les échantillons risquent de rester dans un entrepôt dont la température n'est pas contrôlée;
- il faut aviser le laboratoire de l'arrivée des échantillons afin que le personnel se prépare à traiter ceux-ci dès leur réception (et obtenir confirmation de la réception des échantillons et de leur conservation au froid);
- les essais devraient commencer le plus tôt possible.

4.4 Entreposage des échantillons

Pour réduire au minimum la volatilisation ou la dégradation des composés pendant l'entreposage :

- les échantillons devraient être entreposés au froid (p. ex., 4 ± 2 °C) et dans l'obscurité, et la durée d'entreposage devrait être réduite le plus possible.

4.5 Préparation des échantillons

Pour réduire au minimum la perte de composés volatils pendant la préparation des échantillons de sol perturbé :

- sortir de son lieu d'entreposage au froid l'échantillon contenant des composés volatils;
- réduire au minimum le temps de préparation et procéder le plus rapidement possible;
- s'il faut assécher l'échantillon, procéder sous une hotte et réduire le temps de séchage le plus possible;
- s'il faut tamiser l'échantillon, procéder sous une hotte, le plus rapidement possible (v. 3.10.3.3), et se conformer à ce qui suit :

– conserver le sol non tamisé dans un seau hermétiquement fermé;

– tamiser une poignée de sol à la fois sur une toile en plastique placée sous le tamis, la transférer dans le seau prévu pour le sol tamisé et fermer le seau hermétiquement;

– ne pas tamiser le sol dans un seau ouvert; le seau renfermant le sol tamisé doit rester hermétiquement fermé jusqu'à ce qu'une autre poignée de sol tamisé y soit transférée;

- s'il faut homogénéiser l'échantillon, procéder sous une hotte, le plus rapidement possible (v. 3.10.3.5);
- une fois la préparation terminée, entreposer l'échantillon au froid dans un récipient fermé hermétiquement jusqu'au moment des essais.

Ces procédures, qui sont recommandées pour les échantillons de sol perturbé, entraîneront une perte significative de composés hautement volatils et une certaine perte de composés semi-volatils. S'il est essentiel que la teneur en composés volatils du sol reste très semblable à ce qu'elle était *in situ*, la seule façon de procéder consiste à exécuter les essais sur des échantillons de sol non perturbé conservés dans des récipients fermés hermétiquement (carottes de sol intact). Ces échantillons ne requièrent aucune préparation ou manipulation, et il est recommandé de procéder comme suit avant les essais :

- la journée de la mise en route des essais, sortir l'échantillon du lieu d'entreposage au froid et le placer sous une hotte;

- retirer l'échantillon de son récipient et le transférer le plus rapidement possible dans l'enceinte expérimentale, puis refermer celle-ci;

- ajouter les organismes expérimentaux le plus rapidement possible afin de prévenir la perte de composés volatils.

Pour réduire au minimum la perte de composés facilement dégradables pendant la préparation :

- procéder de la même façon que pour les échantillons de sol intact ou perturbé, mais il n'est pas nécessaire d'utiliser une hotte.

Pour réduire au minimum la perte de composés photolabiles pendant la préparation :

- il n'est pas nécessaire de préparer les échantillons sous une hotte;

- procéder de la même façon que pour les échantillons de sol intact ou perturbé, mais réduire au minimum l'éclairage; les procédures additionnelles suivantes s'appliquent aux échantillons de sol perturbé :

- mettre le sol à sécher dans une chambre noire ou une armoire fermée; s'assurer que seul le personnel autorisé a accès à la chambre ou à l'armoire;

- ne pas couvrir le sol d'un matériau quelconque, car cela retarderait l'assèchement;

- pendant le tamisage, même s'il se fait par poignées seulement, le sol retiré du récipient d'entreposage devrait être couvert d'un matériau opaque (p. ex., sac à déchets noir et épais);

- pendant l'homogénéisation, couvrir le sol étalé d'un matériau opaque (p. ex., sac à déchets noir et épais) (il faudra peut-être qu'une personne homogénéise le sol pendant qu'une autre maintient le matériau opaque très près du sol de façon à laisser juste assez d'espace pour manœuvrer);

- les échantillons de sol destinés à des analyses chimiques devraient être placés dans des récipients ambrés et entreposés dans l'obscurité totale.

4.6 Analyse du ou des contaminants des échantillons

On devrait mesurer fréquemment les concentrations des composés volatils ou facilement dégradables afin de connaître l'ampleur des pertes et l'étape à laquelle elles surviennent pour la plupart. Il faudrait à tout le moins les mesurer dans l'échantillon prélevé sur le terrain aux fins des analyses, de même que dans les sous-échantillons prélevés la journée où les organismes expérimentaux sont transférés dans les enceintes expérimentales (jour 0 de l'essai). Ces deux mesures renseigneront l'évaluateur du lieu contaminé sur l'ampleur de la perte de contaminants entre le moment de l'échantillonnage et la mise en route de l'essai et sur la prédominance des pertes de composants du ou des contaminants (p. ex., les composants les plus volatils). Il est essentiel de mesurer les concentrations du ou des contaminants du sol au début d'un essai biologique afin de connaître la concentration d'exposition initiale des organismes expérimentaux, laquelle peut être nettement inférieure à ce qu'elle était *in situ*.

Il est recommandé d'effectuer les mesures supplémentaires suivantes afin de déterminer l'ampleur, la nature et le moment de la perte de contaminants volatils, semi-volatils ou instables entre la réception de l'échantillon au laboratoire et la fin du ou des essais biologiques :

- concentration du ou des contaminants à l'arrivée des échantillons au laboratoire;

- concentration du ou des contaminants après la préparation des échantillons (p. ex., séchage, tamisage, homogénéisation);

- concentration du ou des contaminants à différents moments pendant toute la durée et à la fin de l'essai.

Modes opératoires particuliers pour le conditionnement d'échantillons de sol préalablement aux essais

La présente section décrit divers modes opératoires applicables aux échantillons de sol perturbé qui ne peuvent pas être soumis aux essais dans l'état dans lequel ils ont été prélevés et qu'il faut conditionner pour satisfaire aux objectifs de l'étude ou aux OQD. Le conditionnement perturbe davantage l'intégrité de l'échantillon de sol que la préparation. Il vise habituellement à influer sur la biodisponibilité ou la toxicité du ou des contaminants du sol, ou encore sur la performance des organismes expérimentaux. Il n'est généralement pas recommandé de modifier les caractéristiques physicochimiques du sol en vue d'améliorer la performance des organismes expérimentaux. En effet, il est préférable de choisir des organismes dont on connaît la tolérance aux conditions physiques et chimiques (p. ex., pH et salinité du sol) d'un échantillon de sol donné. En conséquence, le conditionnement des échantillons ne devrait être envisagé que lorsqu'il n'existe pas d'autre solution pour se conformer aux objectifs de l'étude, d'où l'importance de documenter adéquatement et en détail toute procédure de conditionnement.

En principe, le conditionnement d'échantillons de sol non perturbé (p. ex., carottes de sol intact) n'est ni approprié ni recommandé. Il n'est pas conseillé non plus de conditionner des échantillons destinés à des essais microbiologiques.

5.1 Lavage

Objectif : réduire la conductivité électrique (CE) ou la salinité du sol avant l'essai.

Raisons :

- le sol est trop salin (p. ex., CE élevée), naturellement ou par suite d'une contamination, ce qui faussera les résultats de l'essai toxicologique, et il est souhaitable de réduire la CE afin de faire la distinction entre les effets de la salinité élevée et ceux de la contamination du sol sur les organismes expérimentaux;
- le sol est trop salin (naturellement ou par suite d'une contamination) pour permettre la survie ou la croissance des organismes expérimentaux, mais il est souhaitable d'estimer la toxicité des co-contaminants.

Le lavage est contre-indiqué si :

- l'échantillon est contaminé par des composés hydrosolubles; toutefois, le lavage n'est pas contre-indiqué s'il a pour but d'éliminer les co-contaminants hydrosolubles.

Mode opératoire :

1. Mesurer la CE de l'échantillon reçu au laboratoire ou obtenir sa valeur auprès du chercheur concerné.
2. En général :
   - des valeurs supérieures à ~1,5 dS/m peuvent avoir des effets indésirables sur la survie ou la reproduction des vers de terre (Kerr et Stewart, 2003);
   - des valeurs supérieures à ~2,5 dS/m peuvent avoir des effets indésirables sur la levée des plantules et la croissance d'espèces végétales sensibles à modérément sensibles (c'est le cas de nombreuses espèces expérimentales standard) (Blaylock, 1994);
   - ces valeurs ne sont qu'approximatives – c'est la sensibilité des organismes expérimentaux utilisés dans l'étude qui détermine s'il faut procéder à un lavage.
3. Envisager le lavage du sol si les valeurs de la CE sont considérées suffisamment élevées pour avoir un effet indésirable éventuel sur la performance des organismes expérimentaux, et ce, indépendamment du ou des autres contaminants du sol.
4. Si un lavage est requis, ne tamiser le sol que s'il renferme une quantité excessive de chaume ou de gravier.
5. Ne pas homogénéiser le sol.
6. Répartir l'échantillon entre des seaux propres (sans gaine) d'une capacité de 20 L – les remplir au tiers environ de leur capacité.

7. Verser de l'eau désionisée jusqu'à mi-hauteur de chaque seau.

8. Remuer lentement jusqu'à l'obtention d'une boue.

9. Laisser l'échantillon saturé d'eau désionisée reposer pendant ≥24 h.

10. Décanter l'eau désionisée de l'échantillon.

11. Éliminer l'eau décantée.

12. Mesurer la CE.

13. Si la CE est toujours trop élevée, répéter les étapes 7 à 12 jusqu'à ce que sa valeur soit acceptable.

14. Verser et étaler la boue sur une toile épaisse en plastique, sur une surface en acier inoxydable ou dans un récipient plat et propre, en prévoyant suffisamment d'espace pour que la circulation d'air assèche le sol.

15. Une fois le sol suffisamment asséché, le tamiser afin de recréer sa structure (v. 3.10.3.3).

16. Homogénéiser l'échantillon (v. 3.10.3.5).

17. Étant donné la nature destructive de ce conditionnement, il est vivement recommandé de prélever, avant et après le lavage, un ou plus d'un sous-échantillon aux fins des analyses du ou des contaminants préoccupants – on pourra ainsi mesurer la perte ou le changement de ceux-ci après conditionnement, de même que les concentrations d'exposition au début de l'essai.

5.2 Vieillissement/météorisation

Objectif : simuler les effets souvent atténuateurs du vieillissement et/ou de la météorisation sur la biodisponibilité du ou des contaminants *in situ*.

Raison :

- les objectifs de l'étude exigent le vieillissement ou la météorisation du ou des contaminants; en règle générale, cette exigence s'applique seulement aux échantillons de sol enrichis d'un ou de plus d'un contaminant au laboratoire.

Le vieillissement est un phénomène par lequel la biodisponibilité d'un ou de plus d'un contaminant change avec une augmentation du temps de contact de la pédofaune avec le sol. Cette biodisponibilité diminue généralement en raison de processus pédologiques d'ordre physique et chimique, comme la diffusion dans les nanopores du sol, ou encore l'adsorption sur la matière organique du sol et la désorption dans cette dernière (Stantec, 2004; Jensen et Mesman, 2006; Loibner et coll., 2006). Une forte sorption, un rejet lent et une diffusion limitée entraînent la séquestration des contaminants hydrophobes et rendent les résidus séquestrés récalcitrants à la biorestauration (Jensen et Mesman, 2006). Les processus régissant le vieillissement des métaux du sol incluent les suivants : incorporation dans les structures minérales, diffusion dans les espaces poraux des minéraux, nucléation/ précipitation, oxydation de la surface minérale, entraînement par la formation de complexes chimiques dans les solides du sol (Wendling et coll., 2009). Le vieillissement se déroule habituellement en deux temps : une phase de sorption hâtive et rapide (p. ex., sur l'argile, l'acide humique du sol, les oxydes métalliques provenant du sol), suivie d'une phase de réaction plus lente (p. ex., adsorption sur la matière organique condensée, diffusion dans les nanopores, encapsulation) (Jensen et Mesman, 2006; Wendling et coll., 2009). La météorisation désigne le changement relatif de la composition de la contamination attribuable à la perte préférentielle de composants avec le temps (Stantec, 2004).

Les données des essais écotoxicologiques sur des sols enrichis en laboratoire de métaux ou de matière organique surestiment souvent la fraction biodisponible du ou des contaminants du sol d'un site parce que ces essais ne tiennent pas compte du vieillissement et de la météorisation qui se produisent *in situ* au fil du temps. Par contre, quand on évalue la toxicité du sol d'un lieu contaminé, ces processus ont déjà fait leur œuvre naturellement, ce qui est un des principaux avantages de cette forme d'évaluation. Toutefois, le chercheur peut souhaiter simuler la biodisponibilité *in situ* d'un contaminant si, aux fins d'objectifs précis de l'étude, un ou plus d'un échantillon prélevé sur le terrain vient d'être enrichi d'un contaminant ou d'un co-contaminant, ou que les résultats de l'essai sur le sol du site doivent être comparés avec ceux d'un essai sur un sol enrichi en laboratoire d'un contaminant ou d'un co-contaminant.

Aucune méthode normalisée n'a été mise au point pour le vieillissement et la météorisation des échantillons de sol, mais il existe quelques procédures courantes :

- vieillissement passif ou météorisation passive : le sol enrichi est entreposé pendant de courtes ou de longues périodes (à des températures fixes ou variables) (Ma et coll., 2006);

- sol enrichi soumis à de multiples cycles d'humectation et d'assèchement (Kuperman et coll., 2005, 2006) : le sol est humecté jusqu'à ce qu'il atteigne une teneur en humidité standard (p. ex., 60 % de la capacité de rétention d'eau), on le laisse sécher à l'air pendant 7 jours, puis on répète ces deux étapes pendant ≤3 mois, selon les caractéristiques chimiques et physiques du sol;

- sol enrichi soumis à de multiples cycles de gel et de dégel : le sol est congelé, puis décongelé à des températures prescrites pendant des périodes préétablies ou à des températures ambiantes (qu'on prendra soin de documenter).

On devrait prélever, avant et après le vieillissement ou la météorisation, un ou plus d'un sous-échantillon aux fins des analyses du ou des contaminants préoccupants – on pourra ainsi mesurer la perte ou le changement de ceux-ci après conditionnement, de même que les concentrations d'exposition au début de l'essai.

5.3 Ajustement du pH

Objectif : élever ou abaisser le pH du sol avant l'essai.

Raisons :

- l'étude porte sur les effets du type de sol et/ou du ou des contaminants, indépendamment du pH du sol ou en regard de celui-ci (p. ex., distinction entre les effets du pH et ceux du ou des contaminants);

- on s'attend à des changements du pH sur le site d'étude (p. ex., à cause des dépôts acides ou des activités d'assainissement).

Il ne faut pas ajuster le pH :

- pour améliorer la performance des espèces expérimentales qui ne tolèrent pas des pH naturellement extrêmes (élevés ou bas);

- lorsque celui du sol de référence et/ou celui du sol contaminé ne sont pas étroitement appariés.

De nombreuses études ont porté sur l'influence marquante du pH du sol sur la biodisponibilité des contaminants, en particulier les contaminants métalliques. Le pH du sol influe sur la spéciation des métaux et sur certains types de matière organique. La biodisponibilité des métaux s'accroît généralement avec la baisse du pH du sol (Sauvé, 1997; Dayton et coll., 2006; Echevarria et coll., 2006), mais ce n'est pas le cas de tous les métaux et métalloïdes (Langdon et coll., 2003). Un pH bas peut également provoquer un important stress chez les organismes expérimentaux (Janssen et coll., 1997). De nombreux sols du Canada présentent un pH inférieur à la valeur neutre (p. ex., <7). Ainsi, des podzols de l'écozone du bouclier boréal, qui couvrent une grande superficie, ont un pH très bas (<4). Un pH bas peut constituer un co-contaminant dans les sols associés à des activités industrielles. Par ailleurs, un pH extrêmement élevé (>8) peut influer grandement sur les résultats des essais biologiques. Des sols peuvent être naturellement très alcalins (p. ex., les sols solonetziques du centre du Canada) ou le devenir par suite d'activités anthropiques. Plutôt que d'ajuster le pH du sol en fonction des besoins des organismes expérimentaux, on devrait choisir ces organismes en fonction de leur tolérance aux conditions (p. ex., pH) et aux types de sols des écozones d'où proviennent les échantillons. Les facteurs à prendre en considération dans le choix des espèces expérimentales en regard des sols des différentes écozones du Canada sont présentés à la section 6.

On peut envisager l'ajustement du pH d'un échantillon de sol si on souhaite déterminer l'influence du pH sur la biodisponibilité d'un ou de plus d'un contaminant ou si la modification des caractéristiques structurales ou texturales du sol (v. 5.4) a changé notablement le pH du sol. Selon les objectifs de l'étude et les conditions du sol, on peut élever ou abaisser le pH du sol.

Mode opératoire :

1. Préparer l'échantillon de sol conformément aux indications fournies en 3.10.3.

2. Mesurer la teneur en humidité, le pH et la CE de l'échantillon.

3. Choisir la substance à ajouter pour élever ou abaisser le pH :

   a) pour élever le pH :

      (i) carbonate de calcium ($CaCO_3$)[31], chaux, gypse ou autre substance calcaire;

[31] Le $CaCO_3$ est une substance efficace pour élever le pH du sol. Par rapport à d'autres substances calcaires, on peut se le procurer facilement sous forme de poudre purifiée; il n'est pas réputé toxique pour la plupart des espèces

b) pour abaisser le pH :

(i) acide sulfurique (H_2SO_4), acide chlorhydrique (HCl) ou autre acide fort (ou faible);

c) éléments à prendre en considération dans le choix de la substance :

(i) expérience du laboratoire,
(ii) objectifs de l'étude,
(iii) contaminant (il peut y en avoir plus d'un) du sol,
(iv) possibilité de co-contamination par des composants de la substance (p. ex., le HCl augmentera la concentration des ions chlorure et pourrait devenir toxique pour les organismes expérimentaux si sa concentration devient suffisamment élevée).

4. Calculer le poids sec (masse ou volume) de la substance à ajouter pour induire le changement de pH souhaité.

5. Afin de déterminer la quantité de substance à ajouter, il faudrait procéder à des tests préalables sur des sous-échantillons du sol soumis à l'essai, étant donné que l'ajustement du pH est propre à chaque sol.

6. Incorporer la substance au *sol d'essai* à l'aide d'un porteur liquide au besoin (p. ex., eau purifiée).

7. Homogénéiser le sol soigneusement.

8. Incuber le sol (3-5 jours)[32].

9. Mesurer la teneur en humidité, le pH et la CE de l'échantillon dont le pH a été ajusté.

10. Si le pH du sol a encore besoin d'être ajusté, répéter les étapes 3 à 9.

11. Si le pH se situe dans une plage acceptable par rapport à la valeur souhaitée (cette plage devrait être déterminée à l'avance et être conforme aux OQD), humecter le sol jusqu'à ce que sa teneur en eau corresponde à celle qu'exige la méthode d'essai.

12. Mesurer le pH de ce sol.

13. Si le pH du sol n'est plus dans la plage souhaitée, répéter les étapes 3 à 12.

14. Si le pH du sol est resté dans la plage souhaitée, mettre l'essai en route.

Les tests préliminaires peuvent aussi inclure l'évaluation de la stabilité dans le temps du pH rajusté et la mesure dans laquelle l'humectation du sol en fonction des exigences de l'essai influe sur le pH. Les renseignements ainsi obtenus peuvent permettre d'économiser beaucoup de temps et de sol et de prévenir bien des frustrations lorsqu'il faut ajuster le pH d'importants volumes de sol aux fins des essais, en particulier si on dispose de peu de temps et de sol. De plus, lors de l'ajout de substances servant à élever ou à abaisser le pH, il est recommandé d'utiliser le moins possible d'agent porteur (p. ex., eau désionisée), étant donné que le sol peut devenir plus cohésif et que la taille des agrégats peut s'accroître chaque fois que le sol est humecté au cours de sa ré-homogénéisation. C'est particulièrement le cas des sols très cohésifs, comme les argiles, dont l'homogénéisation peut accroître l'agrégation. Si l'essai toxicologique porte sur des échantillons de sol dont le pH a été ajusté, le schéma expérimental connexe doit toujours inclure, à des fins de comparaison et pour satisfaire aux OQD, des traitements de sols de référence et de sols contaminés dont le pH n'a pas été ajusté.

On devrait prélever, avant et après l'ajustement du pH, un ou plus d'un sous-échantillon aux fins des analyses du ou des contaminants préoccupants – on pourra ainsi mesurer la perte ou le changement de ceux-ci après conditionnement, de même que les concentrations d'exposition au début de l'essai. Dans ses méthodes d'essai toxicologique avec des

---

pédofauniques et son pouvoir tampon est supérieur à celui de la chaux ou du gypse, notamment (p. ex., une fois élevé, le pH est plus stable au fil du temps), dans certains types de sols (Stephenson, 2003). Le terme « chaux » peut désigner différents composés, comme l'hydroxyde de calcium et l'oxyde de calcium, dont le pouvoir tampon est supérieur à celui du $CaCO_3$. Par contre, s'ils sont utilisés en trop grande quantité, ils posent plus de risques du fait qu'ils peuvent élever le pH du sol plus que ne le ferait le $CaCO_3$ (pH ≤8).

[32] Cette période de 3-5 jours n'est qu'approximative (elle peut être plus longue ou plus courte et il faut en tenir compte dans le calendrier d'exécution des essais), et elle dépend du pouvoir tampon du sol, de l'ampleur de l'ajustement du pH et de l'agent utilisé pour modifier ce dernier. C'est là une autre raison pour laquelle il est recommandé de procéder à des tests préliminaires sur des sous-échantillons de sol avant le conditionnement de la totalité de l'échantillon.

espèces terrestres, Environnement Canada formule des recommandations sur l'utilisation de sols dont le pH est extrême (EC, 2004a, 2005a, 2007a).

5.4 Amendement

Objectif : modifier avant l'essai les caractéristiques structurales ou texturales du sol afin d'améliorer la performance des organismes expérimentaux.

Raisons :

- le sol tel qu'il a été prélevé (en particulier un sol subsuperficiel) constitue un habitat sous-optimal pour les organismes expérimentaux dans la mesure où on juge que l'influence de la structure et/ou de la texture du sol fausse les résultats de l'essai biologique;
- d'autres objectifs de l'étude exigent que la structure ou la texture du sol soit modifiée.

Les propriétés des sols des échantillons destinés à des essais biologiques peuvent varier grandement, et certains sols constituent un habitat plus acceptable que d'autres en ce qui a trait à la croissance et/ou à la reproduction des organismes expérimentaux. Certains sols, généralement des sols superficiels renfermant >4 % de matière organique, sont propices à la croissance et/ou à la reproduction des espèces expérimentales actuellement recommandées pour les méthodes d'essai normalisées. Les sols dont la TMO est de 3-4 % et dont la texture est moyenne (p. ex., loams) conviennent habituellement aux espèces expérimentales standard. Toutefois, ceux dont la TMO est faible (<3 %) et qui ont une texture très fine (p. ex., sols argileux) ou grossière (p. ex., sols sableux) peuvent ne pas convenir à la croissance des plantes ou à la reproduction des invertébrés, même s'ils n'influent pas sur la levée des plantules ou la survie des invertébrés. Les sols sableux ou argileux renfermant peu de matière organique peuvent nuire, en particulier, à la reproduction des vers de terre (Jänsch et coll., 2005).

Comme il est indiqué au début de la présente section, il convient de privilégier des organismes expérimentaux qui tolèrent les conditions du sol de l'échantillon, à savoir sa texture et sa TMO. Toutefois, à l'heure actuelle, les espèces expérimentales standard pouvant servir aux essais sur des sols du Canada (EC, 2004a, 2005a, 2007a) sont limitées à celles dont la performance est optimale dans des sols d'une masse volumique apparente moyenne à faible et d'une TMO de ≥3 %. C'est particulièrement le cas de la plupart des espèces de vers de terre standard, dont *Eisenia* sp. (Stantec, 2008). Les essais sur des sols sous-optimaux ont souvent des effets indésirables sur la reproduction des vers de terre, notamment les sols subsuperficiels argileux (de référence et contaminés). Cependant, étant donné que ces sols sont sous-optimaux, l'ampleur des effets (le cas échéant) sur la performance des organismes exposés à un ou des contaminants n'est pas claire.

En attendant que d'autres espèces de vers de terre (ou d'invertébrés à corps mou) standard puissent convenir aux essais sur des sols sous-optimaux (décrits ci-dessus), on peut utiliser un conditionneur de sol. Dans le contexte de la présente méthode, un conditionneur de sol est un amendement qui réduit la masse volumique apparente, optimise la rétention d'eau, réduit le compactage et améliore l'aération du sol, est biologiquement inerte (ne constitue pas un aliment pour les organismes expérimentaux) et ne réduit pas la biodisponibilité du ou des contaminants (ne provoque ni leur fixation ni leur sorption). Le conditionneur peut être organique ou inorganique et sa composition doit être la même d'un lot à l'autre. On recommande d'utiliser des produits commerciaux, étant donné qu'on peut se les procurer facilement et que les procédés de production ne varient pas.

Parmi les substances évaluées, quelques-unes satisfont à l'ensemble ou à la plupart des critères établis pour les conditionneurs de sol argileux et sableux renfermant peu de matière organique (<2 %). Il s'agit de la tourbe de sphaigne, de la fibre de coco (aussi appelée coir) (Garcia, 2004), de la perlite et du gypse, dont une masse sèche donnée est ajoutée au sol (Stantec, 2008). La tourbe de sphaigne et la fibre de coco sont des conditionneurs efficaces. On a démontré que la reproduction des vers de terre augmentait notablement dans les sols argileux et/ou sableux amendés avec la tourbe de sphaigne et la fibre de coco dans une proportion allant de 2,5 % à 15 % (masse sèche) (Stantec, 2008). Dans d'autres études, la reproduction des vers de terre et la croissance des plantes ont été grandement améliorées après ajout de 2,5-20 % (masse sèche) de tourbe à des sols argileux (Stantec, 2005, 2006). Toutefois, ces conditionneurs peuvent réduire la biodisponibilité de contaminants organiques (p. ex., HCP) et, à cause de leur acidité naturelle, abaisser le pH du sol. Cette baisse peut cependant être contrée par l'ajustement du pH (v. 5.3). Le sable, un autre conditionneur, a déjà été ajouté à des sols de texture fine et à masse volumique apparente élevée afin d'augmenter la porosité du sol pour les organismes expérimentaux (Zagury et coll., 2002). L'ajout de sable n'augmente cependant pas la TMO du sol, qui est

importante pour les vers de terre. Par contre, comme le sol devient plus poreux, l'eau circulante plus abondante peut agir comme extractant et accroître la biodisponibilité du ou des contaminants (Zagury et coll., 2002).

Même si on observe des efforts de recherche axés sur l'examen des pratiques exemplaires en matière d'amendement du sol, il n'existe pas, à l'heure actuelle, de conditionneur standard des sols sous-optimaux, et aucun taux d'amendement standard ne peut être recommandé. Un tel taux doit être évalué au cas par cas, ce qui n'a rien d'étonnant au vu de l'hétérogénéité naturelle des propriétés du sol. De plus, si le conditionneur utilisé réduit la biodisponibilité du ou des contaminants, le taux d'amendement choisi constituera un compromis entre une performance acceptable des organismes expérimentaux et une diminution minimale de cette biodisponibilité. Le taux d'amendement devrait être le plus bas possible, tout en permettant de satisfaire aux objectifs de l'étude. Peu importe le conditionneur et le taux choisis, le schéma expérimental connexe doit toujours inclure, aux fins des comparaisons à établir et des procédures d'AQ/CQ, des traitements de sols de référence et de sols contaminés non amendés.

En plus de l'amendement du sol afin d'améliorer la performance des organismes expérimentaux, les objectifs de l'étude exigent parfois que la structure ou la texture du sol soit uniforme d'un traitement à l'autre. Par exemple, si de multiples échantillons de sol doivent être évalués, qu'ils présentent un degré de contamination similaire et que toutes leurs autres caractéristiques sont semblables sauf pour ce qui est de leur teneur en sable, on peut les amender avec un sable propre standard pour uniformiser cette teneur.

Mode opératoire pour amender des échantillons de sol à l'aide d'un conditionneur :

1. Préparer les échantillons au besoin (v. 3.10.3).

2. Préparer le ou les conditionneurs au besoin (p. ex., par tamisage) de la même façon que les échantillons de sol.

3. Mesurer la teneur en humidité des échantillons ainsi que du ou des conditionneurs.

4. Amender le sol à l'aide du conditionneur (proportions établies en fonction de la masse sèche du sol et du conditionneur).

5. Homogénéiser soigneusement le sol amendé.

6. Mesurer le pH et la CE du sol amendé.

7. Ajuster le pH au besoin (v. 5.3).

8. Au besoin, surveiller le pH du sol jusqu'à ce que la valeur souhaitée soit atteinte (v. 5.3).

9. Préparer les sols amendés et non amendés conformément à la méthode d'essai normalisée.

On devrait prélever, avant et après l'amendement, un ou plus d'un sous-échantillon aux fins des analyses du ou des contaminants préoccupants – on pourra ainsi mesurer la perte ou le changement de ceux-ci (et de leur biodisponibilité) après conditionnement, de même que les concentrations d'exposition au début de l'essai.

5.5 Ajustement de la fertilité du sol

Objectif : modifier avant l'essai la fertilité du sol, tout en changeant le moins possible les autres caractéristiques du sol.

Raisons :

- la fertilité du sol est faible et limite la performance des organismes expérimentaux à un degré inacceptable;
- la fertilité du sol varie d'un échantillon à l'autre et fausse les résultats de l'essai à un degré inacceptable.

La fertilité du sol peut influer grandement sur la performance des organismes expérimentaux. Cette influence s'exerce indirectement sur les invertébrés du sol (TMO du sol) et directement sur les plantes. L'azote est le nutriment qui restreint le plus la croissance des plantes; viennent ensuite le potassium et le phosphore. Cela dit, tout nutriment peut restreindre la croissance des plantes s'il n'est pas présent en quantité suffisante dans le sol (Bélanger et coll., 2008).

Un sol contaminé peut être pauvre en nutriments, plus particulièrement s'il provient d'un site industriel et/ou fortement érodé. Lorsqu'on évalue un lieu contaminé, il est important d'estimer l'influence de son équilibre nutritif sur la performance des organismes expérimentaux. En règle générale, la fertilité d'un sol de site ne devrait pas être modifiée. Cependant, si la croissance des plantes et l'équilibre nutritif d'un lieu contaminé sont médiocres, le chercheur souhaitera peut-être déterminer si l'inhibition de la croissance est attribuable à un ou des contaminants ou à l'absence

de nutriments essentiels. De plus, si on évalue la toxicité d'un sol contaminé en comparant la croissance des plantes dans des échantillons de ce sol et d'un sol de référence et si l'équilibre nutritif de ces deux sols est dissemblable, il est prudent d'ajuster la fertilité de l'un et/ou l'autre sol afin de les apparier. Par exemple, si la croissance des plantes et la fertilité sont plus élevées dans le sol de référence, on ne peut pas savoir avec certitude si la réduction de la croissance dans le sol du site est attribuable à la contamination ou à la faible teneur en nutriments. Par contre, si la croissance des plantes et la fertilité sont plus élevées dans le sol contaminé, on ne peut pas savoir non plus si ce phénomène est dû à la toxicité du sol ou si ce dernier est effectivement non toxique.

Mode opératoire :

1. Préparer les échantillons au besoin (v. 3.10.3).

2. Déterminer l'équilibre nutritif de tous les échantillons visés – pour ce faire, soumettre des sous-échantillons à un laboratoire accrédité d'analyse des nutriments du sol.

3. Il faudrait analyser au moins les nutriments suivants :

   - azote total, nitrate (NO_3^-), nitrite (NO_2^-) et ammonium (NH_4^+);
   - potassium phytodisponible et/ou potassium total;
   - phosphore phytodisponible et/ou phosphore total;
   - calcium;
   - magnésium.

4. Les micronutriments (p. ex., Mn, Fe, Ni, Cu, Zn) devraient aussi être analysés.

5. Une fois l'équilibre nutritif connu :

   a) calculer les doses requises de chaque nutriment (masse sèche) pour rétablir l'équilibre nutritif ou

   b) déterminer si la fertilité du sol est sous-optimale pour les espèces végétales expérimentales, et préciser quels nutriments doivent être ajoutés et dans quelle proportion[33].

6. Le moyen le plus facile d'incorporer des nutriments dans le sol consiste à utiliser des solutions nutritives adaptées au sol à l'étude.

7. Il existe une grande variété de préparations nutritives pouvant être utilisées pour les solutions dont on a besoin. On peut aussi en préparer sur mesure à partir de nutriments offerts par des fournisseurs de matériel de laboratoire de chimie.

8. Il existe de nombreux guides sur la préparation de solutions nutritives – Hoagland et Arnon (1950) est une ancienne référence toujours utile.

9. Amender le sol avec la solution nutritive (EC, 2005a).

   - Un deuxième jeu de sous-échantillons peut être analysé à cette étape pour confirmer que l'équilibre nutritif est le même dans tous les échantillons de sol soumis aux essais.

   - Si d'autres ajustements doivent être apportés, répéter les étapes susmentionnées.

10. Entreprendre les préparatifs en vue de la mise en route des essais.

On devrait prélever, avant et après l'ajustement de la fertilité, un ou plus d'un sous-échantillon aux fins des analyses du ou des contaminants préoccupants – on pourra ainsi mesurer la perte ou le changement de ceux-ci après conditionnement, de même que les concentrations d'exposition au début de l'essai.

5.6 Réduction du nombre de micro-organismes indigènes

Objectif : réduire avant l'essai la taille des populations indigènes de microflore et de microfaune.

Raisons :

- un sol stérilisé est utilisé pour les tests d'estimation de la biomasse du sol (p. ex., méthode d'extraction par fumigation);

[33] Il n'est pas toujours facile de déterminer l'équilibre nutritif optimal d'un sol. En effet, les concentrations optimales de chacun des nutriments sont propres au sol et aux espèces végétales, et elles subissent l'influence des concentrations d'autres macronutriments et micronutriments, de même que du pH du sol. Par exemple, la carence en zinc peut être attribuable à une faible teneur en zinc du sol ou à des concentrations élevées de phosphore, lesquelles inhibent l'assimilation du zinc. Il pourrait être nécessaire de consulter un laboratoire d'agronomie et/ou le personnel provincial de vulgarisation agricole au sujet de l'interprétation des résultats des tests sur la fertilité d'un sol et du choix des nutriments à utiliser, ou encore de leur confier ces tâches.

- un sol stérilisé est utilisé comme sol témoin dans les tests d'activité enzymatique, les tests de respiration du sol et les études d'extraction directe d'ADN, par exemple;
- l'essai exige des conditions axéniques;
- la dégradation microbienne risque de provoquer une perte rapide du ou des contaminants du sol, en particulier lorsque le laboratoire ne peut procéder immédiatement aux essais.

La réduction de la taille des populations microbiennes indigènes d'un échantillon de sol n'est pas une pratique courante ou normalisée. S'il en est ainsi, c'est parce qu'il est extrêmement difficile d'y arriver. Quant à l'élimination (p. ex., par stérilisation du sol) de ces populations, elle est pratiquement impossible à réaliser, en particulier s'il faut traiter d'importants volumes de sol (Trevors, 1996). Il est difficile de stériliser un sol du fait que les micro-organismes parvenus au stade biologique de la sénescence (p. ex., spores) peuvent survivre au traitement et, en fait, prospérer par la suite à cause de la réduction de la compétition. De plus, comme le sol est une matrice tridimensionnelle comportant de nombreux microhabitats, la plupart des traitements de stérilisation ne peuvent atteindre l'intérieur de l'échantillon de sol et/ou pénétrer complètement dans ces microsites.

Même s'il est difficile de stériliser d'importants volumes de sol aux fins des essais, il existe des méthodes pour réduire substantiellement la taille des populations microbiennes indigènes. Les deux méthodes les plus efficaces et les plus utilisées sont l'autoclavage et l'irradiation (Trevors, 1996), qui sont décrites plus en détail en 5.6.1 et 5.6.2, respectivement.

5.6.1 Autoclavage

- Le sol est soumis à de longues périodes (minutes ou heures) de chaleur humide extrême (p. ex., >100 °C).
- La durée de l'autoclavage devrait augmenter avec le volume à stériliser (p. ex., 1 h d'autoclavage pour tout échantillon de ≥500 g) (Trevors, 1996).
- Pour que l'autoclavage soit efficace, il est important de procéder par couches minces (p. ex., 1 cm d'épaisseur). Cela signifie que seuls des volumes restreints peuvent être traités à la fois.
- Pour que la vapeur pénètre dans le sol, celui-ci ne devrait pas être compacté.
- On obtiendra une meilleure stérilisation si le sol n'est pas saturé; s'il est saturé, il est recommandé de le sécher à l'air jusqu'à ≤60 % environ de sa capacité de rétention d'eau (Trevors, 1996).
- Il est conseillé d'autoclaver un sol ≥3 fois afin de maximiser la réduction du nombre de micro-organismes (Lotrario et coll., 1995; Trevors, 1996; Sheremata et coll., 1997). Les échantillons devraient être incubés pendant ≥24 h entre chaque cycle d'autoclavage afin de permettre la germination des spores (qui seront détruites au cycle suivant).
- Avant le premier autoclavage, le sol peut être pré-incubé afin de réduire le nombre de cycles d'autoclavage requis pour réduire le plus possible le nombre de micro-organismes. À cette fin, humecter le sol à raison de ~0,3 mL d'eau par gramme de sol et pré-incuber à la température ambiante pendant 7 jours.
- La chaleur extrême de l'autoclavage induit souvent des réactions chimiques dans le sol, notamment la transformation des acides organiques et des contaminants organiques, de même que la modification des interactions physiques et chimiques entre le ou les contaminants et les particules de sol.
- Ces modifications peuvent augmenter tout autant que réduire la biodisponibilité du ou des contaminants et la toxicité du sol (Lotrario et coll., 1995).
- Si un sol ne peut être utilisé dans les 24 h suivant le dernier cycle d'autoclavage, l'entreposer à -20 °C ou à -80 °C afin d'empêcher la reprise de la croissance d'organismes sénescents ayant survécu à l'autoclavage.

5.6.2 Irradiation

- Le sol est exposé pendant une période prolongée (jours ou semaines) à un faible rayonnement à haute fréquence (p. ex., rayons gamma).
- On se sert le plus couramment des rayons gamma d'une source de cobalt-60 pour irradier le sol, habituellement à des doses de 10, 25 ou 50 kGy (Lotrario et coll., 1995; Trevors, 1996; Sheremata et coll., 1997; Renoux et coll., 1999).
- D'autres doses peuvent aussi être utilisées : Jackson et coll. (1967) (cités dans Trevors, 1996) ont constaté que des échantillons de sol de 30 g devaient être irradiés à 1 Mrad (10 kGy) pour tuer tous les champignons et à 2-3 Mrad (20-30 kGy) pour tuer toutes les bactéries. On a déjà utilisé des doses atteignant 4 Mrad (40 kGy) pour stériliser un sol.

- Les sous-échantillons exposés à une source de rayonnement doivent être de petite taille (p. ex., 250 g) afin que l'énergie atteigne leur centre, mais on peut en exposer un grand nombre en même temps.
- On se facilitera la tâche en plaçant les échantillons à irradier dans des sacs de polyéthylène à une teneur en humidité correspondant à celle de l'essai.
- Le principal inconvénient de l'irradiation est qu'il n'existe pas beaucoup d'installations spécialisées ni d'expertise.
- La haute énergie du rayonnement induit des réactions chimiques dans le sol (Trevors, 1996; Renoux et coll., 1999). Tout comme dans le cas de l'autoclavage, on peut observer une transformation des acides organiques et des contaminants organiques, de même qu'une modification des interactions physiques et chimiques entre le ou les contaminants et les particules de sol.
- Ces réactions et modifications chimiques peuvent élever tout autant qu'abaisser la biodisponibilité du ou des contaminants et la toxicité du sol (Renoux et coll., 1999).
- Une fois irradiés, les échantillons devraient être manipulés dans des conditions aseptiques jusqu'aux essais.
- Si un sol ne peut être mis à l'essai immédiatement après son irradiation, il devrait être entreposé à -20 °C ou à -80 °C afin d'empêcher la reprise de la croissance d'organismes sénescents ayant survécu à l'irradiation.

Dans toute méthode de stérilisation, on devrait utiliser un sous-échantillon traité (stérilisé) afin de confirmer que la taille de la population microbienne a été suffisamment réduite pour satisfaire aux objectifs de l'étude ou aux OQD. À cette fin, on peut dresser le PPC (v. tableau 2, section 2), procéder à une numération sur plaque des hétérotrophes ou utiliser la méthode du nombre le plus probable (Germida, 1993). Le test d'évaluation de la population microbienne peut être exécuté sur un sous-échantillon avant et après la stérilisation. On devrait vérifier si la stérilisation a été fructueuse en regard d'un écart acceptable prédéterminé (par le chercheur, à partir des objectifs de l'étude).

La réduction de la taille des populations microbiennes indigènes du sol exige d'importants efforts et peut modifier les caractéristiques intrinsèques du sol et, partant, perturber grandement l'intégrité des échantillons de sol. L'autoclavage peut détruire la structure du sol; libérer de l'ammonium-N et des aminoacides (Trevors, 1996); augmenter les fractions solubles de la matière organique, des hydrates de carbone, des ions NH_4^+, Ca^{2+} et Mg^{2+}; accroître le pourcentage de sable et réduire celui de la fraction argileuse (à cause d'une plus grande agrégation des particules d'argile); accroître la surface active des particules de sol; élever légèrement le pH du sol et la capacité d'échange cationique (Lotrario et coll., 1995). L'irradiation peut augmenter la disponibilité de l'azote, du phosphore et du soufre, et peut libérer du manganèse, de l'ammonium, du carbone soluble, de l'azote organique et du phosphore, tant du sol que de sa matière organique. De plus, la haute énergie du rayonnement induit des réactions chimiques dans le sol, dont la dépolymérisation de la cellulose et la création d'hydrogène libre et de radicaux hydroxyles, qui sont des agents réducteurs et des oxydants forts clivant les liens C-C (Trevors, 1996).

5.6.3 Stérilisation en chaleur sèche

Outre l'autoclavage, on peut stériliser un sol en chauffant des échantillons à 200 °C pendant ≥24 h. Le sol doit être étalé en fines couches (p. ex., 1 cm) pour que la stérilisation soit efficace, tout comme dans le cas de l'autoclavage. Il convient cependant de souligner que les spores bactériennes sont plus résistantes à la stérilisation en chaleur sèche qu'à l'autoclave et qu'il faudra peut-être humecter les échantillons et les incuber pendant 1-2 jours avant de procéder à la stérilisation.

5.6.4 Traitement aux micro-ondes

Un traitement aux micro-ondes peut constituer un moyen rapide (1-5 min) de réduire le nombre de nématodes et la taille des populations fongiques du sol, sans toutefois les éliminer. On se sert rarement, sinon jamais, des micro-ondes pour stériliser un sol. Toutefois, si on y a recours, le traitement sera plus efficace si le sol est déjà stérilisé et qu'il est humide plutôt que sec (Trevors, 1996).

5.6.5 Stérilisation chimique

Il n'est pas recommandé d'utiliser des substances chimiques, comme des composés volatils (p. ex., oxyde d'éthylène, chloroforme, oxyde de propylène, bromométhane) ou non volatils (p. ex., dichlorure de mercure, azoture de sodium ou de potassium, formaldéhyde, antibiotiques comme le triclosane), pour réduire la taille des populations microbiennes du sol (Lotrario et coll., 1995; Trevors, 1996), étant donné que cette pratique introduit un facteur confusionnel dans les essais biologiques. En effet, ces stérilisants sont eux-mêmes des contaminants du

sol et ils peuvent interagir avec la biodisponibilité et la toxicité du ou des contaminants préoccupants, ou encore les modifier.

Peu importe la méthode de stérilisation utilisée, il faut s'assurer qu'elle a été fructueuse au moyen d'un test de stérilité. On trouvera dans Lotrario et coll. (1995) et dans Trevors (1996) des détails sur les méthodes de vérification de la stérilité du sol.

Quelle que soit la méthode employée pour réduire la taille des populations microbiennes indigènes du sol, on devrait analyser un sous-échantillon traité (stérilisé) afin de confirmer que cette taille a été suffisamment réduite pour satisfaire aux objectifs de l'étude ou aux OQD. À cette fin, on peut dresser le PPC (v. tableau 2, section 2), procéder à une numération sur plaque des hétérotrophes ou utiliser la méthode du nombre le plus probable (Germida, 1993). Le test d'évaluation de la population

microbienne peut être exécuté sur un sous-échantillon de sol avant et après la stérilisation. On devrait vérifier si la méthode utilisée pour réduire la taille des populations microbiennes indigènes du sol a été fructueuse en regard d'un écart prédéterminé jugé acceptable pour l'étude.

5.6.6 Réduction de la taille des populations indigènes de mésofaune, de macrofaune et de macroflore

Pour satisfaire aux objectifs de l'étude et aux OQD, il faut parfois réduire la taille des populations indigènes de mésofaune, de macrofaune et de macroflore du sol (p. ex., vers de terre, larves d'insectes, plantules). C'est particulièrement le cas des essais en microcosme avec des organismes expérimentaux introduits. On peut réduire la taille des populations de macroflore et de macrofaune ou éliminer ces populations en congelant (à -20 °C) les échantillons, en les asséchant ou en les traitant aux micro-ondes (v. 5.6.4) (Spurgeon et coll., 2002).

Dans le cas de carottes de sol intact, on peut aussi recourir au séchage à l'air ou à des cycles de gel-dégel. Ces cycles peuvent toutefois perturber la structure du sol des échantillons.

On devrait prélever, avant et après la réduction de la taille des populations indigènes, un ou plus d'un sous-échantillon aux fins des analyses du ou des contaminants préoccupants – on pourra ainsi mesurer la perte ou le changement de ceux-ci après conditionnement, de même que les concentrations d'exposition au début de l'essai.

Éléments particuliers à prendre en considération dans la collecte, la manipulation et la préparation de sol de certaines écozones du Canada

La présente section renferme des conseils sur l'échantillonnage, la manipulation, le transport, l'entreposage et la préparation de sol provenant d'écozones du Canada pour lesquelles *certains* des modes opératoires universels décrits à la section 3 ne conviennent pas ou ne s'appliquent pas. *À l'exception* des situations et des sols décrits ici, toutes les indications fournies dans l'ensemble des sections qui précèdent *s'appliquent*.

Le Canada est formé d'écozones terrestres très diversifiées portant des forêts pluviales tempérées, des prairies herbagères, des forêts tempérées de feuillus et des forêts boréales de conifères, outre la taïga et la toundra arctique. Chacune des 15 écozones terrestres est bien délimitée dans l'espace (figure 20).

Les méthodes d'essai toxicologique normalisées mises au point aux échelles nationale et internationale permettent d'évaluer des sols dont le pH est neutre ou presque neutre (pH 6-8) et dont la TMO est de ~3-12 %. Ces deux propriétés sont généralement caractéristiques des horizons Ah des sols agricoles du Canada (écozone des prairies et écozone des plaines à forêts mixtes), de même que des sols des écorégions de forêts de feuillus mixtes du sud-est du pays (écozone des plaines à forêts mixtes) (EC, 2003a). Les méthodes normalisées peuvent également convenir à certains sols des écozones suivantes : cordillère montagnarde, maritime de l'Atlantique et maritime du Pacifique. Les modes opératoires universels décrits à la section 3 s'appliquent à ces types de sols, qui représentent toutefois une portion relativement petite des écosystèmes terrestres du Canada.

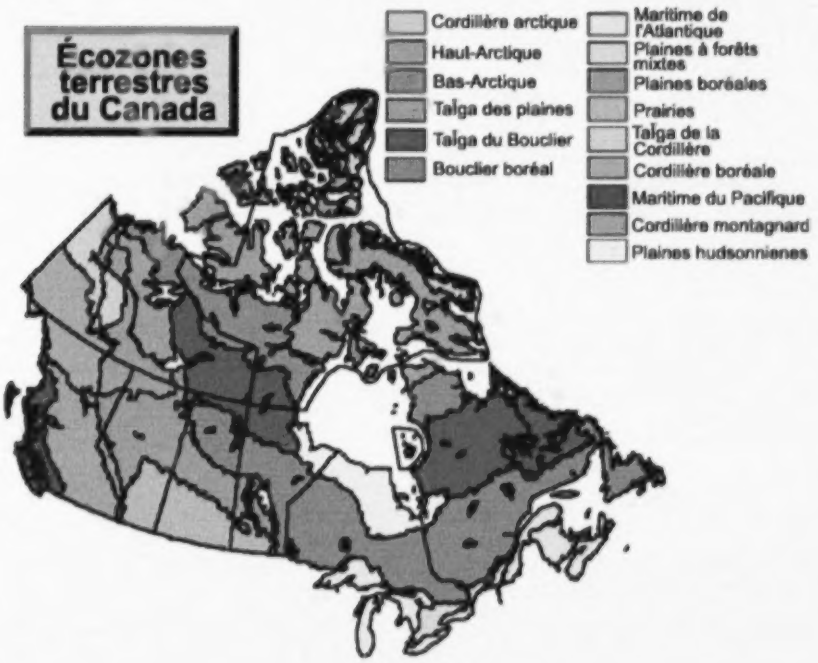


Figure 20. Écozones terrestres du Canada (source : EC, 2005b)

De nombreux autres types de sols répandus au Canada ont des propriétés qui ne sont pas considérées comme typiques dans les méthodes normalisées, et ces sols exigent des procédures spéciales d'échantillonnage, de manipulation, de transport, d'entreposage et de préparation.

La répartition de certains des dix ordres de sols du Canada (v. E.2, annexe E) concorde grosso modo avec une ou deux écozones (p. ex., celle de l'ordre chernozémique correspond étroitement à l'écozone des prairies). Toutefois, la plupart des ordres de sols couvrent de petites superficies de tout le pays ou s'observent dans deux écozones ou plus. L'annexe E renferme de plus amples informations sur la répartition géographique et écologique des dix ordres de sols : le tableau E.1 décrit brièvement les dix ordres de sols, leur horizon diagnostique (il peut y en avoir plus d'un) et la ou les régions où ils prédominent; les photographies de la figure E.4 montrent les profils de chacun; les cartes de la figure E.5 illustrent la répartition géographique de chacun.

Les sols de la forêt boréale, les sols minces/pierreux, les sols organiques, les sols cryosoliques et les sols des milieux humides font partie des sols les plus répandus auxquels ne s'appliquent pas les actuelles méthodes d'essai, ni les modes opératoires universels de collecte, de transport, d'entreposage et de préparation décrits à la section 3.

Les sols forestiers, comme les sols luvisoliques, brunisoliques et podzoliques des écozones du bouclier boréal, des plaines boréales, de la cordillère boréale, de la taïga du bouclier et de la taïga des plaines (figure 20; tableau E.1, figures E.4 et E.5 de l'annexe E), sont très stratifiés et souvent recouverts d'un horizon fortement organique (L, F, H ou O). Le pH de certains de ces sols forestiers est très bas (<4), comme les sols podzoliques d'une bonne partie des écozones des régions boréales. On trouve dans toutes les écozones du Canada des sols très minces (fine couche de sol recouvrant l'assise rocheuse) ou pierreux (ayant pour origine les dépôts glaciaires) pouvant former de petites poches tout autant que couvrir de vastes étendues. Les sols cryosoliques sont des sols de l'Arctique, de la forêt subarctique et de la toundra. Ils couvrent une grande partie du tiers septentrional du Canada où le *pergélisol* demeure près de la surface des sols minéraux et organiques. Les sols cryosoliques prédominent dans les écozones du Haut-Arctique et du Bas-Arctique et dans l'écozone de la cordillère arctique; on les observe couramment dans les écozones de la taïga des plaines, du bouclier et de la cordillère, de même que dans l'écozone des plaines hudsoniennes (figure 20; tableau E.1, figures E.4 et E.5 de l'annexe E), et ils s'étendent jusque dans la forêt boréale et dans des zones alpines (AAC, 1998). Les sols organiques sont surtout présents dans la forêt boréale et les milieux humides des écozones des plaines hudsoniennes, des plaines *boréales, de la taïga du bouclier et du bouclier boréal*; ils sont sporadiques ailleurs au Canada (figure 20; tableau E.1, figures E.4 et E.5 de l'annexe E). Les sols organiques sont surtout composés de matériaux organiques à différents stades de décomposition et on les appelle communément tourbière, terre noire, bog, fen, etc. La sous-section 6.4 porte sur les sols organiques des milieux terrestres, tandis que la sous-section 6.5 porte sur les sols des milieux humides (p. ex., tourbière, bog, fen, marais, marécage). Les sols des milieux humides forment une portion substantielle de la masse terrestre du Canada – on les trouve dans toutes les écorégions du pays (RNCan, 2009b). Les tourbières constituent la majorité des milieux humides de la plupart des écorégions. On en trouve dans les écozones du Bas-Arctique, de la taïga des plaines, de la taïga du bouclier, des plaines hudsoniennes et de la cordillère boréale. Même si les milieux humides sont des écosystèmes de transition affichant des caractéristiques semi-aquatiques et semi-terrestres, le fait qu'ils soient si répandus au Canada et qu'ils puissent être contaminés par des activités anthropiques justifie une brève analyse ici.

Étant donné que les sols de la forêt boréale, les sols minces ou pierreux, les sols cryosoliques, les sols organiques et les sols des milieux humides couvrent la plus grande partie de la masse terrestre du Canada et que d'importantes activités anthropiques, tant passées qu'actuelles (p. ex., exploitation minière, foresterie, production pétrolière et gazière), ont donné lieu ou peuvent donner lieu à la contamination des terres, il est important de prélever, de manipuler et de préparer adéquatement ces sols aux fins des essais biologiques.

6.1 Sols de la forêt boréale

La plupart des indications fournies à la section 3 s'appliquent au prélèvement, à la manipulation, au transport, à l'entreposage et à la préparation des sols de la forêt boréale. Toutefois, des modifications doivent être apportées à certaines procédures d'échantillonnage, d'entreposage et de préparation, et il faut tenir compte de divers facteurs dans le choix des espèces qui seront soumises aux essais sur ces sols.

6.1.1 Échantillonnage des sols de la forêt boréale

De nombreux sols forestiers, dont ceux de la forêt boréale, des forêts mixtes et des forêts de feuillus, comportent d'épais horizons organiques superficiels et se distinguent d'autres sols organiques en raison de l'épaisseur et de la teneur en carbone organique de leur horizon organique (O) ou de leurs horizons luvique (L), fulvique (F) et/ou humique (H) (AAC, 1998). Souvent, la couche superficielle des sols forestiers présente un intérêt pour l'évaluateur d'un lieu contaminé à cause de la concentration des contaminants dans les quelques premiers centimètres du tapis forestier et/ou à cause de la valeur écologique des couches très organiques et biologiquement actives.

L'évaluation des changements que provoque la contamination de l'horizon organique superficiel constitue souvent un élément très important de l'étude de la charge de contaminants aéroportés qui se sont déposés par voie sèche et/ou par voie humide. Parmi les autres mécanismes de contamination des horizons organiques superficiels, on compte les déversements ou les rejets sur la neige et la glace – au moment de la fonte, les contaminants s'infiltrent dans le sol. La décision d'échantillonner ou non les couches organiques superficielles dépend des objectifs de l'étude et des OQD.

L'échantillonnage d'une épaisse couche superficielle de matière organique exige le recours à des échantillonneurs particuliers (tableau G.1 de l'annexe G) et à des procédures sensiblement différentes de celles décrites en 3.6.5 pour les horizons minéraux.

Mode opératoire recommandé :

1. Délimiter le lieu d'échantillonnage, conformément aux indications fournies en 3.3.8.

2. Dégager la surface du sol en enlevant à la main ou en râtelant délicatement les matières non consolidées (débris) (figure 21).

3. Si la parcelle est envahie de végétation, couper cette dernière jusqu'à la surface du sol à échantillonner. Dans de nombreuses régions, le sol peut être recouvert d'une épaisse couche de sphaigne ou de mousse brune en croissance active ou morte récemment. On devrait exclure des échantillons la matière en croissance active, mais non les bryophytes détritiques (sphaigne ou mousse), quoiqu'il puisse être difficile de faire la distinction entre les deux [étape 4(v)].

4. Procéder comme suit pour prélever de gros échantillons (p. ex., >1 L) de matière organique [d'après Bélanger et Van Rees (2008)] :

   (i) Placer un châssis d'échantillonnage ou de référence (qui peut couvrir une superficie de 100-900 cm^2) sur la surface du sol.

   (ii) Enfoncer le châssis jusqu'au sol minéral. Si le châssis est doté d'arêtes tranchantes à sa base, on peut l'enfoncer dans la couche organique à l'aide d'un maillet ou d'un marteau à tête en nylon.

   (iii) Si l'horizon L (litière) doit être échantillonné séparément des autres horizons organiques (F et H) (selon les objectifs de l'étude), on devrait procéder à cet échantillonnage à l'intérieur du châssis.

   (iv) Couper le tapis forestier à l'aide d'un couteau à lame ondulée ou de cisailles le long des bords intérieurs du châssis.

   (v) Une fois le tapis coupé sur tous les côtés, séparer l'horizon organique du sol minéral à l'aide d'une spatule en acier inoxydable, d'une pince, d'une pelle ou d'une truelle.

      - Si la matière du tapis forestier est très cohésive et qu'elle se sépare facilement de l'horizon minéral A sous-jacent, la couper à l'aide d'un couteau ou d'une truelle et la rouler comme un tapis.

      - S'il est difficile de faire la distinction entre l'horizon organique inférieur (H) et l'horizon minéral supérieur (Ah), les échantillons pourraient ne pas être représentatifs du fait qu'ils engloberaient de la matière de l'horizon Ah. S'il est essentiel de prévenir l'inclusion par mégarde de matière de l'horizon Ah dans les échantillons de la couche organique, il est recommandé d'analyser au préalable la teneur en carbone des différentes couches de sol. Si le site est difficile d'accès, les couches peuvent être séparées en fonction de leur couleur et de leur texture[34].

[34] Bélanger et Van Rees (2008) indiquent que, dans de tels cas, il peut être compliqué d'identifier les couches d'humus et ils suggèrent aux lecteurs de consulter Klinka et coll. (1981) ainsi que Green et coll. (1993).

(vi) Transférer le sol dans le ou les récipients à échantillon. Si le sol doit être préparé sur place (p. ex., séché, homogénéisé ou tamisé avant son expédition au laboratoire), le transférer sur une toile en plastique, une toile de coton (si le ou les contaminants risquent d'interagir avec le plastique) ou une bâche, ou encore dans un récipient de terrain, jusqu'à ce que le volume requis ait été prélevé.

5. Le plus souvent, les horizons superficiels des sols forestiers renferment beaucoup de racines. Dans un tel cas, une fois l'échantillon prélevé, tapoter légèrement le sol autour des racines et le faire tomber dans le récipient à échantillon, puis éliminer la matière végétale, la garder avec l'échantillon de sol ou la conserver en tant qu'échantillon distinct, selon les objectifs de l'étude (USEPA, 2006).

6. Échantillonner comme suit les horizons minéraux sous-jacents (conformément au mode opératoire universel décrit en 3.6.5) à l'aide d'une pelle, d'une truelle ou de tout autre échantillonneur approprié :

   (i) Prélever le sol dans l'horizon minéral supérieur (horizon A) jusqu'à la profondeur délimitée par un changement de couleur.

   (ii) Transférer le sol dans le ou les récipients à échantillon. Si le sol doit être préparé sur place (p. ex., séché, homogénéisé ou tamisé avant son expédition au laboratoire), le transférer sur une toile en plastique, une toile de coton (si le ou les contaminants risquent d'interagir avec le plastique) ou une bâche, ou encore dans un récipient de terrain, jusqu'à ce que le volume requis ait été prélevé.

   (iii) S'assurer que tout le sol de l'horizon a été enlevé à la profondeur voulue dans l'ensemble de la parcelle.

   (iv) Répéter les étapes 6(i) à 6(iii) pour les horizons B et C si les objectifs de l'étude exigent leur échantillonnage.

7. Si on a besoin de plus petits échantillons ou d'échantillons de sol non perturbé (p. ex., carottes de sol intact), les prélever au moyen d'un carottier ou d'un autre type d'échantillonneur (tableau G.1 de l'annexe G) conçu pour les sols organiques (leur diamètre est habituellement plus grand et leurs arêtes tranchantes permettent de couper la matière organique fibreuse). Procéder comme suit [d'après Mason (1992) et ISO (2003a)] :

   (i) Il est recommandé d'employer des carottiers d'un gros diamètre (p. ex., 9-30 cm) ayant un bord dentelé coupant. Lorsqu'on les enfonce à la main en tournant, on peut couper simultanément les petites racines et la matière fibreuse.

   (ii) Enfoncer le carottier (à l'aide d'un maillet ou d'un marteau en acier à tête en nylon) jusqu'à la profondeur connue de l'horizon organique, jusqu'au changement de texture ou de couleur indiquant la transition entre deux horizons (il faudra peut-être extraire auparavant une carotte d'essai pour déterminer à quelle profondeur se trouve ce changement dans les sols très hétérogènes) ou jusqu'à la profondeur voulue.

   (iii) Éviter d'incliner le carottier en l'enfonçant dans le tapis forestier.

   (iv) Extraire l'échantillon. Diverses méthodes permettent de limiter la perte de sol lors du retrait du carottier du substrat. On peut, par exemple, créer une succion en haut du cylindre du carottier à l'aide d'une ventouse ou d'un bouchon en caoutchouc. Il faut parfois enlever à la main le sol entourant l'extérieur du cylindre afin d'avoir accès à sa base avant de le retirer.

   (v) Couper le sol de transition ou les racines à la base de l'échantillon.

   (vi) Échantillon de sol perturbé : extraire l'échantillon du carottier et le transférer dans le récipient à échantillon.

   (vii) Échantillon de sol non perturbé (carotte de sol intact) : obturer la gaine du carottier et transférer l'échantillon dans un récipient d'entreposage ou d'expédition.

   (viii) Échantillon de sol perturbé et échantillon de sol non perturbé : il faudrait consigner la hauteur de la matière prélevée et la profondeur à laquelle le cylindre du carottier a été enfoncé afin d'estimer la compression ou la perte de sol pendant le [illegible]ltage et de disposer de renseignements qui seront essentiels au moment de mettre en lien les résultats des essais biologiques et l'épaisseur de la strate échantillonnée.

   (ix) Si le sol doit être préparé sur place (p. ex., séché, homogénéisé ou tamisé avant son expédition au laboratoire), le transférer sur une toile en plastique, une toile de coton (si le ou les contaminants risquent d'interagir avec le plastique) ou une bâche, ou encore dans un récipient de terrain, jusqu'à ce que le volume requis ait été prélevé.

(x) Répéter les étapes 7(ii) à 7(ix) jusqu'à ce que le volume requis de sol ait été extrait de la parcelle, tous les échantillons étant transférés dans le même récipient.

(xi) Pour extraire des échantillons des horizons minéraux (A, B ou C), répéter les étapes 7(ii) à 7(x) en utilisant des échantillonneurs convenant à de tels horizons.

8. Comparativement à d'autres sols, les sols de la forêt boréale sont relativement peu profonds, et il est peu fréquent que des échantillons y soient prélevés en profondeur. Cependant, s'il faut prélever des échantillons en profondeur, il serait plus efficace et moins exigeant en main-d'œuvre d'utiliser un camion de forage (avec tarière à tige pleine, appareil de forage à poussée directe avec cuillère à fente ou appareil sonique, p. ex.). Il peut toutefois être difficile d'accéder par camion au site forestier à échantillonner. De plus, certains appareils et techniques de forage risquent fort de modifier la matrice du sol et d'introduire des artefacts susceptibles d'influer sur les résultats des essais biologiques. Il faudrait éviter les forceuses rotatives pneumatiques, les tarières à tige pleine et les dispositifs utilisant des boues de forage. L'American Society for Testing and Materials (ASTM) a publié des méthodes normalisées qui pourraient néanmoins convenir, selon les objectifs de l'étude et/ou les OQD. Les lecteurs intéressés devraient consulter les références suivantes : ASTM 2008a, 2008b, 2008c, 2009a, 2009b.

Normalement, on ne prélève pas de très gros volumes (p. ex., des centaines de litres) de sols forestiers, car cela entraînerait une importante dégradation de l'habitat forestier et irait à l'encontre de l'objectif habituel de l'évaluation et/ou de l'assainissement d'un lieu contaminé, à savoir la protection (du moins en partie) des écosystèmes. En effet, si on procède à des essais biologiques sur des sols forestiers contaminés, c'est pour déterminer le risque relatif que représente, pour les récepteurs écologiques, le fait de laisser le sol contaminé *in situ* plutôt que de l'enlever dans sa totalité et de détruire ainsi l'habitat forestier.

On procède selon les modes opératoires universels pour préparer les échantillons de sol de la forêt boréale (v. 3.6.6).

Figure 21. Lieu d'échantillonnage situé dans la forêt boréale, où la végétation peu dense a été enlevée (photo : B. Smith)

6.1.2 Variabilité des sols forestiers

Les caractéristiques physiques et chimiques des sols forestiers en général ont tendance à varier davantage que celles de nombreux autres sols, sauf les cryosols. Ce phénomène est attribuable au type d'assise rocheuse, au matériau parental, à la composition des essences forestières et de la végétation du sous-étage, aux perturbations (p. ex., incendies, chutes d'arbres) et aux activités d'aménagement forestier. Les sols de la forêt boréale, qui se sont formés à partir du till rocheux mince du bouclier canadien, présentent une très grande hétérogénéité; l'épaisseur des horizons varie en tant que continuum avec des profils spatiaux complexes (p. ex., couches épaisses de matière organique des horizons F et H dans des dépressions, poches de l'horizon A le long des canaux formés autour des vieilles racines) (figure 22) (Bélanger et Van Rees, 2008). Bon nombre de ces facteurs peuvent aussi provoquer une plus grande variation des concentrations de contaminants et de la toxicité du sol. On trouvera en 6.2 des conseils sur l'échantillonnage de certains sols minces de la forêt boréale.

Des études ont montré que les résultats du regroupement d'échantillons prélevés dans des lieux distincts donnent une bonne estimation des concentrations réelles du ou des contaminants, de même que des propriétés des sols forestiers. En règle générale, l'échantillonnage d'une grande superficie réduit la variation attribuable aux microsites (une fois l'échantillon séché, tamisé et homogénéisé) et il est recommandé d'échantillonner une superficie de $\geq$200 cm^2 (Bélanger et Van Rees, 2008). Toutefois, l'échelle d'échantillonnage est importante en regard de la variation spatiale complexe des sols de la forêt

boréale, et il faut en tenir compte sur le plan des récepteurs écologiques d'intérêt. D'une part, les conditions du sol d'une parcelle dont le diamètre est nettement supérieur à 1 m refléteraient mieux les effets possibles de la contamination sur les gros arbustes et sur des essences comme l'épinette noire et le bouleau à papier. D'autre part, la variation naturelle des caractéristiques de la mésofaune du sol sur des distances de quelques centimètres seulement sera sans doute très grande, tant latéralement que verticalement, et il est difficile d'en tenir compte dans un programme d'évaluation des contaminants.

6.1.3 Entreposage des sols forestiers

Les sols des horizons L, F, H et A de la forêt boréale présentent le plus souvent une forte TMO, une humidité au champ relativement élevée et une abondance de populations microbiennes. C'est pourquoi il est recommandé de préparer les échantillons de ces sols (p. ex., séchage à l'air, tamisage et homogénéisation) avant de les entreposer au froid (p. ex., 4 °C) jusqu'au moment des essais (v. 3.9.2 et 3.10). Ces mesures retarderont la prolifération de populations microbiennes indésirables, comme les champignons, qui pourraient influer sur la performance des espèces expérimentales. Soulignons que toute forme de préparation devrait satisfaire aux objectifs de l'étude et/ou aux OQD (p. ex., si les échantillons doivent être soumis à des essais microbiens, il n'est pas recommandé de les préparer).

6.1.4 Préparation

Comme il est indiqué plus haut, les sols des horizons L, F et H de la forêt boréale présentent une forte TMO et peuvent renfermer beaucoup de racines. Si la contamination du sol est associée à ces horizons, il serait prudent d'exécuter les essais sur des échantillons dont toute la matière organique a été préservée, et les modes opératoires de reconstitution décrits en 3.10.3.6 devraient être appliqués au besoin.

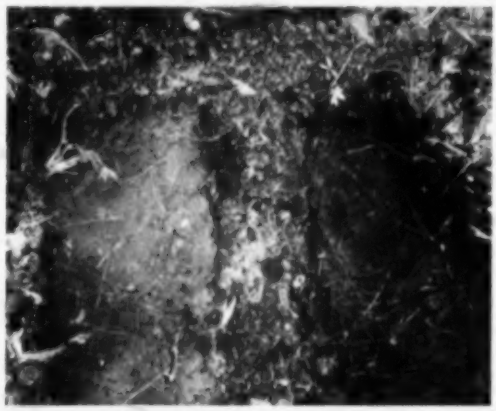


Figure 22. Deux parcelles adjacentes déblayées à une profondeur de 10 cm, dans un site forestier au sol très mince de l'écozone du bouclier boréal
(photo : G. Stephenson)

6.1.5 Choix des espèces expérimentales

Du fait que bon nombre de procédures d'échantillonnage, de manipulation, d'entreposage et de préparation de sol provenant des écosystèmes de la forêt boréale sont semblables aux modes opératoires universels, il n'est pas toujours nécessaire d'envisager des mesures particulières pour les essais biologiques sur les échantillons de ces sols. Toutefois, dans de nombreux cas, le pH du sol est très bas (<4), en particulier dans les sols qui se sont formés sur le bouclier canadien (p. ex., écozone du bouclier boréal). La plupart des espèces expérimentales recommandées pour les essais toxicologiques normalisés, dont ceux qu'Environnement Canada a mis au point pour des organismes terrestres (EC, 2004a, 2005a, 2007a), ne tolèrent pas les sols dont le pH est aussi bas ou ont une performance sous-optimale (p. ex., enchytrées) (ISO, 2004a; Jänsch et coll., 2005). L'ajustement du pH de ces sols en fonction des besoins des espèces expérimentales standard ne convient pas, sans compter que cela introduirait des artefacts dans les données des essais toxicologiques. On recommande plutôt de choisir des espèces expérimentales naturellement tolérantes à un pH bas. Environnement Canada est en train de mettre au point des méthodes d'essai toxicologique avec des espèces terrestres adaptées aux conditions des sols de la forêt boréale (EC, 2009). Ces espèces incluent des vers de terre, des arthropodes et des espèces végétales ligneuses et herbacées (EC et SRC, 2007).

6.2 *Sols minces/pierreux*

On trouve un peu partout au Canada des sols rocheux minces. Les sols très minces, rocheux, fragmentés et/ou très pierreux sont particulièrement répandus dans l'écozone du bouclier boréal, la taïga et l'Arctique. Comme ces sols peuvent être difficiles à échantillonner, il faut porter une attention spéciale tant à l'élaboration du plan d'échantillonnage qu'au choix des lieux d'échantillonnage. Ces types de sols peuvent être décrits comme suit (Groupe de travail sur les pédo-paysage du Canada, 2007) :

- ***Sols rocheux :*** on trouve ces sols là où il y a des affleurements rocheux et/ou seulement une couche mince de sol non développé (aussi appelé sol mince) couvrant l'assise rocheuse. Les sols rocheux ou minces sont répandus dans les régions boréales et la taïga du Canada. On trouve aussi des sols minces dans les alvars situés principalement dans le bassin des Grands Lacs de l'écozone des plaines à forêts mixtes. Les alvars sont des écosystèmes associés à l'assise rocheuse calcaire glaciaire relativement plate; les sols y sont minces ou inexistants, et ils portent habituellement des plantes et des communautés d'espèces exceptionnelles (Conservation de la nature Canada, 2009).

- ***Sols fragmentés*** ou sols renfermant des fragments grossiers : les pierres ou les roches de ces sols sont intégrées dans toute la colonne de sol. Au Canada, les sols grossièrement fragmentés sont habituellement d'origine glaciaire (comme les dépôts de till) ou fluvioglaciaire (comme les plaines d'épandage fluvioglaciaire et les dépôts de délavage). Les dépôts de till peuvent avoir un aspect très irrégulier ou s'accumuler en forme de crête (moraine). Les dépôts glaciaires peuvent en outre être classifiés selon leur mode de transport et de dépôt (RNCan, 2009a).

- ***Sols pierreux :*** les pierres ou les roches de ces sols se trouvent sur ou dans la couche superficielle. Ce type de sols est habituellement attribuable aux dépôts glaciaires. On trouve aussi des sols pierreux dans les zones d'anciens dépôts fluviaux et de remaniement, où l'action fluviale et les chenaux sinueux ont fini par trier à des degrés variables les roches et les sédiments en fonction de leur taille. Toutes les écozones du Canada renferment des sols pierreux à l'échelle régionale (RNCan, 2009a).

6.2.1 *Échantillonnage des sols minces/pierreux*

Les sols rocheux et grossièrement fragmentés peuvent soulever des difficultés particulières pour les évaluateurs de lieux contaminés du fait que le potentiel d'exposition à des contaminants biotiques n'est pas clair. En effet, l'exposition peut se produire en théorie à un point donné (difficilement prévisible) le long d'un spectre de concentrations dont les extrémités sont celles du sol en vrac et celles des fractions les plus fines de sol. De plus, les outils habituels d'échantillonnage peuvent ne pas pénétrer dans le sol (ils peuvent buter sur des roches), sans compter que la quantité de sol risque d'être insuffisante à cause de la minceur du sol ou de la présence d'une trop grande quantité de pierres (une fois celles-ci enlevées, il ne reste pas beaucoup de sol).

Si les roches ou les pierres ne se trouvent qu'en surface (sols pierreux), on peut habituellement les enlever avant l'échantillonnage. Par contre, il ne convient pas toujours d'enlever les pierres – par exemple, si la contamination est aéroportée, l'enlèvement des matériaux superficiels (y compris les roches et les pierres) introduira un biais dans la concentration du ou des contaminants de l'échantillon. Lorsqu'on échantillonne un sol grossièrement fragmenté, ce biais peut aussi être préoccupant si l'enlèvement des fragments réduit notablement le volume de l'échantillon ou donne un échantillon non représentatif du site (Mason, 1992). L'enlèvement des fragments ne convient pas non plus si ces fragments constituent eux-mêmes la source de contamination (p. ex., résidus d'explosifs associés à un ancien champ de tir, installations de munitions ou bases militaires, grosses particules de plomb dans un champ de tir). Il faudrait tenir compte de la source de contamination, des objectifs de l'étude et des OQD dès l'étape de planification de l'étude afin d'éclairer les décisions quant à l'enlèvement des pierres ou des roches des échantillons.

Lorsqu'il faut échantillonner des sols rocheux/minces, pierreux ou fragmentés, trois options sont recommandées :

- Choisir un autre lieu d'échantillonnage. Dans certains cas, il existe peut-être à proximité une poche de sol rocheux/mince plus profond ou un sol moins pierreux ou fragmenté (en raison de la nature sporadique des dépôts glaciaires). Les OQD doivent être pris en considération lors de l'échantillonnage de poches plus profondes afin de s'assurer que les échantillons prélevés sont représentatifs. Un levé pédologique devrait s'avérer utile pour réduire le risque de choisir un sol particulièrement mince ou fragmenté et pour déterminer si d'autres points d'échantillonnage conviennent (v. 3.3.3.2). Lorsqu'il est impossible de trouver un lieu de rechange (p. ex., si l'étendue du sol rocheux, fragmenté ou pierreux est supérieure à celle de la contamination), il faut réévaluer les

objectifs de l'étude et les OQD avec toutes les parties en cause (p. ex., gestionnaires du projet, organismes de réglementation, intervenants).

- Prélever des échantillons en vrac plus volumineux et les tamiser afin d'obtenir une masse suffisante de la classe granulométrique convenant aux essais biologiques. Pour ce faire, creuser une fosse plus large que la plus grosse roche de l'échantillon ou prélever à l'aide d'un carottier de plus petits échantillons sur une grande superficie (Bélanger et Van Rees, 2008). Il faut prendre soin de ne pas décaper le sol du site.

- Exécuter l'essai biologique sur la totalité de l'échantillon en vrac, y compris le gravier et les petits cailloux. Cette façon de procéder ne convient pas à la plupart des espèces expérimentales et des méthodes d'essai et ne devrait être envisagée qu'avec des espèces qui, normalement, interagissent avec la matière plus grossière du sol sur des superficies étendues (p. ex., semis d'arbres plus gros dont les racines et les radicelles pénètrent dans l'ensemble de la matrice pierreuse). Un problème particulier se pose dans le cas des essais biologiques sur des échantillons volumineux renfermant une quantité appréciable de gravier et de petits cailloux : les particules plus fines ont tendance à se redistribuer verticalement pendant le transport, l'entreposage et la préparation des échantillons.

Des outils spéciaux sont utilisés pour l'échantillonnage de sols grossièrement fragmentés, dont des tarières renforcées pouvant pénétrer dans des fragments rocheux, de même que des carottiers d'une plus grande circonférence s'enfonçant plus profondément dans le sol et prélevant des fragments rocheux (Page-Dumroese et Brown, 1999). On trouvera à l'annexe G une description de divers échantillonneurs.

Comme pour tout lieu à échantillonner, il faut perturber le moins possible les sols minces, en particulier lorsqu'ils portent des habitats exceptionnels et/ou abritent des espèces vulnérables. Selon la nature et la fragilité du site, la présence d'un habitat et/ou d'espèces vulnérables, les objectifs de l'évaluation du site et la réglementation applicable, il pourrait être contre-indiqué ou même interdit de prélever des échantillons de sol mince. Les renseignements à cet égard devraient être recueillis en même temps que les données documentaires pendant l'élaboration du plan d'étude et être corroborés au moyen d'un levé du site. S'il est établi qu'il s'agit d'un lieu fragile, les décisions d'ordre gestionnel devraient être prises a priori, de concert avec tous les intervenants (y compris les organismes de réglementation).

6.2.2 Manipulation sur place, entreposage et transport

Les modes opératoires décrits en 3.6.6, 3.7, 3.8 et 3.9 pour la manipulation sur place, l'entreposage et le transport des échantillons s'appliquent aux sols rocheux, fragmentés et pierreux. Il convient de souligner que, dans le cas des sols pierreux renfermant peu de particules fines, ces dernières ont tendance à se tasser pendant le transport et l'entreposage, ou encore à être perdues pendant la préparation des échantillons.

6.2.3 Préparation

Comme il est indiqué en 3.10.3.3, il faut tenir soigneusement compte de la taille des particules à enlever pendant la préparation du sol, en particulier lorsqu'il s'agit d'un sol pierreux, fragmenté ou rocheux. Les méthodes d'essai biologique ont tendance à privilégier les sols des fractions granulométriques du sable, du limon et de l'argile (<2 mm de diamètre, d'après la plupart des systèmes de classification) plutôt que du gravier et des cailloux. Le diamètre seuil doit parfois être abaissé afin de définir la fraction de sol pierreux convenant à divers récepteurs écologiques [p. ex., <1 mm; <250 µm (fraction limoneuse-argileuse)]. Cela dit, il est important que les méthodes de collecte et de préparation des échantillons tiennent compte de la distribution probable du ou des contaminants dans les fractions granulométriques de l'ensemble de la matrice du sol, de même que de l'interaction éventuelle des divers biotes d'intérêt avec le sol pierreux « naturel » (p. ex., *in situ*). Si les particules plus fines présentes dans les interstices du gravier et des cailloux de plus grosse taille constituent le principal milieu de croissance, il est important de cibler l'essai sur cette fraction du sol. Selon le type et la source de contamination, l'enlèvement des roches ou des pierres pourrait altérer la concentration et/ou les caractéristiques (p. ex., la biodisponibilité) du ou des contaminants du sol. Par exemple, Vischetti et coll. (2010) ont constaté que le carbone organique présent dans des fragments rocheux de >2 mm contribuait à l'adsorption des pesticides et à leur dégradation dans l'environnement. En conséquence, leur enlèvement des échantillons modifierait la biodisponibilité des pesticides du sol et pourrait avoir un effet sur les résultats des essais biologiques.

Dans le cas d'essais microbiens, la décision d'enlever les pierres ou les roches devrait se fonder sur les objectifs de l'étude et/ou les OQD. L'enlèvement des fragments rocheux d'échantillons de sol prélevés sur le terrain peut entraîner une sous-estimation du volume total de la biomasse microbienne et donner une idée fausse de la structure de la communauté

microbienne (Certini et coll., 2004). L'enlèvement du gravier et des pierres peut aussi influer grandement sur la porosité en eau et en air, la conductivité hydraulique, le potentiel de rétention d'eau et le degré de pénétration d'oxygène dans le sol, de même que sur les taux de diffusion d'une vaste gamme de substances naturelles et de contaminants transportés dans les gaz ou l'eau interstitielle du sol.

6.3 Sols cryosoliques

Au Canada, comme la plupart des sols sont gelés pendant une partie de l'hiver, ceux faisant l'objet d'une évaluation écotoxicologique sont habituellement échantillonnés avant le gel du sol superficiel. Toutefois, un groupe de sols couvre une grande partie du tiers septentrional du Canada où le pergélisol demeure près de la surface des sols minéraux et des sols organiques. Ce sont les cryosols, qui prédominent dans la toundra, qui sont répandus dans la taïga et qui s'étendent jusque dans la forêt boréale et les zones alpines (AAC, 1998). Ces sols subissent souvent une cryoturbation : les cycles de gel et de dégel perturbent les horizons pédologiques et font apparaître des réseaux de pierres disposées en cercles ou en polygones et des buttes de terre (tableau E.1 et figure E.2 de l'annexe E) (AAC, 1998; Tarnocai, 2009). Les cryosols sont des sols exceptionnels présentant une grande variété de caractéristiques; ils peuvent être organiques ou minéraux, très acides ou neutres, très argileux ou très sableux. De ce fait, ils exigent un plan d'échantillonnage particulier et, lorsqu'ils sont gelés, des procédures et des outils d'échantillonnage particuliers également.

6.3.1 Échantillonnage des cryosols

Les cryosols comportent une *couche active*, soit la couche superficielle qui gèle et dégèle chaque année, et une couche inférieure gelée en permanence (pergélisol). La caractéristique diagnostique des cryosols est la présence de pergélisol à 1-2 m de la surface du sol (AAC, 1998). À cause de la cryoturbation, les propriétés des sols cryosoliques varient généralement beaucoup, ce qui accroît l'hétérogénéité tant de la distribution horizontale et verticale du ou des contaminants (étant donné que les cycles de gel et de dégel induisent une fracturation massive, le ou les contaminants peuvent être relocalisés physiquement et/ou se déplacer le long de voies préférentielles créées par la fracturation) que de la biodisponibilité et de la toxicité du ou des contaminants. Des études récentes relatives aux incidences de cette variation sur les résultats des essais biologiques portent à croire que les sols cryosoliques pourraient exiger un effort d'échantillonnage beaucoup plus grand (p. ex., >30 échantillons par site) que d'autres sols afin de détecter de petits écarts dans la performance des organismes expérimentaux (Anaka et coll., 2008). Toutefois, on commence à peine à mettre au point des directives concernant les plans d'échantillonnage et la détermination du nombre d'échantillons à prélever dans les lieux contaminés des écosystèmes canadiens de la toundra ou de la taïga, ou encore de tout lieu contaminé renfermant des cryosols.

Pour la collecte, la manipulation, le transport et la préparation des échantillons de la couche active des cryosols minéraux pendant la période de l'année où ils ne sont pas gelés, on procède de la même façon que pour d'autres types de sols minéraux (Anaka et coll., 2008). En conséquence, à l'exception des indications fournies en 3.3.4 et en 3.3.9, les modes opératoires universels décrits à la section 3 et/ou ceux relatifs aux sols de la forêt boréale (v. 6.1) et aux sols organiques terrestres (lorsque les cryosols minéraux comportent une couche superficielle organique) (v. 6.4) s'appliquent ici.

6.3.2 Échantillonnage de la couche active gelée, des couches de pergélisol ou des sols non cryosoliques gelés

Même s'il est peu probable qu'un échantillonnage à des profondeurs de ≥60 cm présente un intérêt aux fins des essais biologiques, il est possible qu'on souhaite échantillonner les couches de pergélisol d'un cryosol. Il est également possible que, en raison d'objectifs précis ou de contraintes (p. ex., accès limité au site pendant les saisons plus chaudes), on doive échantillonner les couches actives gelées d'un sol cryosolique ou les couches gelées d'un sol non cryosolique.

Le prélèvement d'échantillons de sol gelé (intact ou perturbé) se fait pratiquement de la même façon que s'il s'agissait d'un sol non gelé, mais les outils diffèrent : en plus d'être plus puissants et plus résistants, ils comportent habituellement un borddenteléé coupant qui facilite leur pénétration dans le sol gelé, la tourbe et la glace. Certains de ces outils sont listés au tableau G.1 de l'annexe G.

Si l'échantillonnage se fait dans une fosse ou une tranchée de sol minéral, on utilise une pioche-hache pour enlever les blocs de matière gelée du lieu d'échantillonnage. On peut recueillir avec une pelle les plus petits morceaux de sol dégagés au moyen de

la pioche-hache. Un marteau-piqueur électrique peut servir à creuser une tranchée ou une fosse dans le sol à échantillonner (Tarnocai, 1993). Si des échantillons en vrac sont prélevés dans d'épaisses couches organiques (tourbe gelée), une scie à chaîne électrique s'avérera efficace pour couper des blocs selon un quadrillage prédéterminé. On utilise ensuite un autre outil (p. ex., un marteau-piqueur électrique) pour détacher la base des blocs de tourbe et dégager les échantillons. On devrait employer une scie à chaîne électrique plutôt qu'à essence afin de prévenir la contamination des échantillons ou l'accumulation de fumées toxiques si l'échantillonnage se fait dans une tranchée. Il ne faut pas oublier que l'huile que renferment ces deux types de scies à chaîne peut contaminer les échantillons (Tarnocai, 1993).

Pour échantillonner la couche de pergélisol d'un sol cryosolique, on doit souvent creuser d'abord une fosse afin d'enlever la couche active de sol (qui peut ou non être échantillonnée, selon les objectifs de l'étude), après quoi on utilise des tarières ou des carottiers spéciaux pour prélever les échantillons. Lorsqu'on échantillonne le pergélisol à des températures se situant entre -1 °C et 0 °C, par exemple, les carottes renfermant une grande quantité d'eau non gelée peuvent commencer à dégeler pendant le carottage; si le pergélisol renferme aussi une grande quantité d'argile, il peut être très difficile, voire impossible, de l'échantillonner (Tarnocai, 1993).

L'échantillonnage de sols gelés soulève d'autres difficultés. Souvent, il faut décaper une petite superficie de la couche de sol gelé pour bien asseoir le carottier ou la tarière. Selon l'outil employé, il faut prendre soin de ne pas cesser de l'actionner, car il pourrait geler en place. Parfois, la base de la carotte de sol reste fermement attachée au sol au moment du retrait de l'échantillonneur. Il faut alors utiliser un extracteur de carottes. Celui-ci est fixé à une rallonge et est abaissé de façon à emboîter la carotte; des mouvements rapides latéraux et de torsion détachent la carotte et l'échantillon peut être retiré du sol (Tarnocai, 1993). Une fois les échantillons extraits, ils peuvent être conservés temporairement au froid dans ou sur le pergélisol.

Les modes opératoires universels décrits à la section 3 pour le transport, l'entreposage et la préparation des échantillons s'appliquent aux sols gelés et aux cryosols. Il est toutefois très important de fermer hermétiquement les récipients à échantillon afin qu'ils ne fuient pas lorsque les échantillons commencent à dégeler. Les échantillons devraient être expédiés le plus rapidement possible au laboratoire et, dès leur arrivée, être asséchés pour prévenir l'apparition de conditions anaérobies. Si les objectifs de l'étude précisent que les échantillons devraient rester gelés jusqu'au moment de l'essai, on devrait prendre au préalable des dispositions concernant le transport et l'entreposage des échantillons.

6.3.3 Choix des espèces expérimentales

Les espèces expérimentales qui seront soumises à des essais biologiques sur des sols cryosoliques doivent être choisies soigneusement. Les caractéristiques physiques et chimiques des cryosols sont très diversifiées. Certaines, comme le pH, peuvent ne pas convenir à la plupart des espèces recommandées pour les essais toxicologiques normalisés, y compris ceux qu'Environnement Canada a mis au point pour des espèces terrestres (EC, 2004a, 2005a, 2007a) (p. ex., pH bas). Il faudrait donc bien connaître les caractéristiques des sols dès le début du processus d'évaluation d'un site afin de choisir les espèces qui conviennent le mieux.

La plupart des espèces actuellement recommandées pour les essais normalisés peuvent tolérer les conditions des sols cryosoliques, mais elles sont absentes des écosystèmes renfermant ce type de sols, d'où leur manque de pertinence d'un point de vue écologique. Cette situation est inévitable lorsqu'on évalue des lieux contaminés du Canada septentrional, mais Environnement Canada est en train de mettre au point des méthodes d'essai avec des espèces expérimentales terrestres adaptées aux conditions de la toundra et de la taïga (Princz et coll., 2010).

6.4 Sols organiques

Les sols organiques sont surtout composés de matériaux organiques et comprennent les sols généralement connus sous les noms de tourbière, terre noire, bog, fen, etc. Ils renferment ≥30 % de matière organique (en poids), sont habituellement saturés d'eau pendant de longues périodes, sont très répandus dans les terrains en dépression mal drainés et tirent leur origine de la végétation qui croît en ces endroits (AAC, 1998). Trois des quatre types de sols organiques du Canada sont communément saturés d'eau pendant toute l'année et sont constitués principalement de matière organique non décomposée. Il s'agit des fibrisols, des mésisols et des humisols, qui sont le produit de la formation des milieux humides. Les folisols, soit le quatrième type de sols organiques, résultent de la formation des écosystèmes des hautes terres, comme les forêts, et sont rarement saturés d'eau.

On trouve des folisols minces (10 cm d'épaisseur) partout au Canada (AAC, 1998). Même s'il existe des carottiers et des sondes spécialement conçus pour s'enfoncer dans la matière organique (Sheppard et coll., 1993) (tableau G.1 de l'annexe G), bon nombre de méthodes et de procédures de prélèvement d'échantillons de folisol (qu'on trouve dans les écosystèmes forestiers) ressemblent à celles applicables aux sols de la forêt boréale, et on devrait se conformer aux indications fournies en 6.1.

Tout comme les sols organiques terrestres (folisols), les sols minéraux terrestres peuvent comporter un horizon O (couche superficielle) surmontant l'horizon minéral A. On trouve ces types de sols dans les zones adjacentes aux milieux humides (p. ex., sol minéral sous-jacent à une couche superficielle de matière organique tourbeuse d'une épaisseur de 20 cm, près d'un bog). Selon le degré de fibrosité et de cohésion de la ou des couches organiques, les procédures d'échantillonnage de l'horizon O des sols minéraux peuvent être semblables aux modes opératoires universels (v. 3.6.5.1) applicables à l'échantillonnage de l'horizon A (p. ex., extraction de l'horizon O à l'aide d'une pelle ou d'une truelle) ou des sols de la forêt boréale (v. 6.1) (p. ex., utilisation d'un châssis d'échantillonnage et de cisailles pour enlever l'horizon O).

Les sols organiques peuvent présenter les mêmes caractéristiques que les sols de l'écosystème de la forêt boréale, en particulier un pH bas. C'est pourquoi les indications fournies en 6.1.5 pour le choix des espèces expérimentales s'appliquent également aux sols organiques.

On trouve des milieux humides et des tourbières, constitués presque entièrement de sols organiques, dans des milieux allant de semi-terrestres à semi-aquatiques, où la nappe phréatique demeure près ou au-dessus de la surface (selon la saison) et où l'écoulement d'eau est minimal (UMA, 2008). Les processus chimiques, hydrologiques et écologiques caractérisant ces sols sont complexes et diffèrent de ceux observés dans les sols organiques terrestres. Des indications précises sur l'échantillonnage, la manipulation, l'entreposage et la préparation des sols des milieux humides sont fournies ci-après.

6.5 Sols des milieux humides

Les milieux humides sont des écosystèmes de transition aux caractéristiques tant semi-aquatiques que semi-terrestres. Ils forment une portion substantielle (18 %) de la masse terrestre du Canada, et on les trouve dans toutes les écozones du pays (RNCan, 2009b). Comparativement aux écosystèmes terrestres, les milieux humides connaissent des fluctuations saisonnières du niveau d'eau et des taux de décomposition rapide de la matière organique, et ils abritent souvent des communautés végétales très diversifiées. À cause de ces facteurs, notamment, leurs contaminants peuvent présenter un devenir, un comportement et une toxicité différents de ceux des systèmes terrestres. Comme les milieux humides sont très répandus, ils peuvent être contaminés par des activités minières, forestières, industrielles et agricoles, et c'est pourquoi ils peuvent être assujettis à des évaluations en tant que lieux contaminés. Il est donc important que les sols des milieux humides soient prélevés, manipulés et préparés adéquatement aux fins d'essais biologiques.

Les milieux humides sont des zones dans lesquelles le sol est saturé d'eau pendant une période suffisamment longue pour que l'excès d'eau et la faible teneur du sol en oxygène qui en résulte constituent les principaux déterminants de la végétation et de la formation du sol. Ils portent généralement une communauté végétale comptant une abondance relative d'hydrophytes (plantes aquatiques) et/ou présentent des sols ayant des attributs « hydriques » (Mackenzie et Moran, 2004, cité dans UMA, 2008). Les milieux humides ne sont ni exclusivement terrestres, ni exclusivement aquatiques; ils constituent donc des écosystèmes exceptionnels d'une grande valeur. Le Canada compte cinq classes de milieux humides (Zoltai et Vitt, 1995; UMA, 2008) :

- ***Bogs :*** leur alimentation en eau ne provient que de la pluie et de la fonte des neiges et ils sont dominés par des sphaignes. Ils sont acides (leur pH est souvent de <4) et pauvres en nutriments, ont une faible teneur en cations basiques et l'écoulement d'eau est restreint. Ces caractéristiques résultent principalement des processus de décomposition (acidification attribuable à la production d'acide humique) et de la production de sphaignes (nutriments liés à la tourbe). Les bogs peuvent être ouverts, boisés ou arborés.

- ***Fens :*** ils subissent l'influence de la chimie des sols minéraux des hautes terres environnantes et ils sont dominés par des bryophytes (p. ex., mousses). Leur alimentation en eau provient des hautes terres et des eaux souterraines. Les fens peuvent être divisés en sous-catégories, selon que leur pH est élevé (>7, fen riche), moyen (5,5-7,0, fen moyennement riche) ou bas (<5,5, fen pauvre). Les fens riches peuvent ressembler aux marécages (sauf pour ce

qui est de leur hydrologie), mais ils sont dominés par les mousses brunes et le carex y abonde. De même, les fens pauvres peuvent être très semblables aux bogs (sauf pour ce qui est de leur hydrologie) et être dominés par des sphaignes.

- ***Marécages :*** à l'instar des marais, les marécages subissent l'influence de l'eau souterraine et des eaux de surface, ce qui explique les fortes variations saisonnières de leur niveau d'eau. Ils sont caractérisés par des arbres ou arbustes de grande taille et il y a peu d'accumulation de tourbe. Cette accumulation mineure ou inexistante est attribuable aux taux élevés de décomposition de la matière organique et à l'abaissement saisonnier du niveau d'eau. Lorsque l'eau souterraine est acide et que la prolifération d'arbres empêche l'écoulement de l'eau, les marécages peuvent devenir acides.

- ***Marais :*** tout comme les marécages, les marais subissent la forte influence de l'eau souterraine et des eaux de surface, et leur niveau d'eau peut varier grandement d'une saison à l'autre. Les marais sont des milieux humides ouverts où il ne se forme pas de tourbe. Ils sont dominés par les carex et autres monocotylédones. Ils présentent généralement des concentrations élevées de phosphore et d'azote et un taux élevé de décomposition de la matière organique. Leur biodiversité est habituellement riche. Les marais peuvent être salins ou alcalins et sont généralement bien tamponnés.

- ***Eau peu profonde :*** ce sont des milieux humides où il ne se forme pas de tourbe. L'eau atteint une profondeur de ≤2 m vers le milieu de l'été. Étant donné l'influence des réseaux aquatiques adjacents et du fait qu'il s'agit d'une zone de transition, ce type de milieu humide est dominé par des plantes flottantes partiellement submergées. Les caractéristiques chimiques de l'eau et du sol des eaux peu profondes ne sont pas des caractéristiques diagnostiques.

Au Canada, la plupart des milieux humides sont des tourbières (bogs et fens); leurs sols sont donc habituellement organiques. Les sols des milieux humides minéraux naturels peuvent être limoneux ou argileux, tandis qu'ils ont tendance à renfermer plus de sable s'ils sont artificiels (Zoltai, 1978). Bon nombre des milieux humides du Canada se trouvent dans les écozones du Bas-Arctique, de la taïga des plaines, de la taïga du bouclier, des plaines hudsoniennes et de la cordillère boréale (20 % des milieux humides du pays sont situés dans l'Arctique, où ils couvrent 5 % des terres) (NRCan, 2009b). Des conditions de pergélisol peuvent s'observer dans les milieux humides des écozones septentrionales. En fait, la faible conductivité thermique des bogs peut se traduire par le maintien du pergélisol et sa présence discontinue par-delà la limite méridionale des tourbières boréales (UMA, 2008). Des conseils sur l'échantillonnage des sols gelés, y compris les couches de pergélisol, sont fournis en 6.3. Les sols des milieux humides organiques, comme les tourbières, sont très répandus au Canada, principalement dans les dépôts de tourbe dominés par les mousses de sphaignes (AAC, 1998). Ces dépôts sont très exploités à des fins horticoles, en particulier au Québec; des recherches ont déjà porté sur l'utilisation généralisée de la tourbe comme source d'énergie renouvelable (Monenco, 1981). On a mis au point des méthodes commerciales pour l'extraction à grande échelle de tourbe humide et de tourbe sèche à des fins industrielles; toutefois, en général, ces méthodes ne peuvent servir à prélever des échantillons dans le cadre de l'évaluation d'un lieu contaminé, sauf si c'est la tourbière en exploitation qui est le lieu contaminé.

Les milieux humides peuvent être naturels, comme ceux décrits ci-dessus, ou artificiels. Ces derniers sont souvent aménagés à des fins d'assainissement (Campbell et coll., 2002). Ainsi, on recrée les propriétés naturelles de filtration des milieux humides, qui servent alors de biofiltres pour l'eau contaminée ou les eaux usées. Dans la plupart des cas, l'échantillonnage d'un milieu humide artificiel est relativement simple, car les lieux de prélèvement (de sol et d'eau) à des fins de surveillance font partie intégrante de la conception de ce milieu.

6.5.1 Mesures et observations in situ

6.5.1.1 Description du lieu

Il est très important de dresser une description détaillée du milieu humide à échantillonner (v. 3.4 et 3.5). L'hydrologie, le relief, les espèces végétales dominantes, la saison de l'échantillonnage, la quantité et la condition de l'eau (dormante ou vive) ainsi que le matériau parental permettent de déterminer le type de milieu humide et les caractéristiques du site. Grâce à ces renseignements, dont une bonne partie est habituellement recueillie tôt dans l'étude (v. 3.3.3), on peut mieux connaître les caractéristiques physicochimiques du site et choisir le type d'essai biologique et/ou les organismes expérimentaux qui conviendront le mieux à l'évaluation de la contamination du site.

Il est recommandé de procéder à des mesures chimiques *in situ*, étant donné que la chimie du sol des milieux humides peut changer très rapidement après l'échantillonnage. Le niveau d'eau au moment des prélèvements influera sur les caractéristiques

physicochimiques du sol et sur la composition de la communauté microbienne. Il est conseillé de consigner les renseignements suivants afin de déterminer le type de milieu humide échantillonné et de définir l'état du sol non perturbé :

- pH;
- oxygène dissous;
- potentiel d'oxydoréduction;
- niveau d'eau;
- météo;
- moment de l'année.

De plus, il serait indiqué d'échantillonner le fer, d'autres métaux, le sulfate et les sulfites, car il est établi que les milieux humides accumulent des métaux et du soufre (Wieder et Lang, 1986).

6.5.1.2 Délimitation des lieux d'échantillonnage

On devrait se conformer aux indications fournies en 3.3.8 pour délimiter les lieux d'échantillonnage dans un milieu humide. Si ce dernier est arboré (p. ex., marécage ou fen), on peut délimiter les lieux d'échantillonnage à l'aide d'un ruban de signalisation déroulé autour des arbres ou arbustes. S'il est ouvert ou immergé, des pieux (en bois, en métal ou en polychlorure de vinyle) conviendront le mieux. Les pieux doivent être suffisamment longs, car ils doivent être enfoncés dans le substrat, tout en étant plus élevés que le niveau des hautes eaux. Au fil du temps (et avec les changements saisonniers), l'écoulement de l'eau ou le mouvement de la glace peut déplacer les pieux. C'est pourquoi un système de GPS portable devrait être utilisé en combinaison avec les repères et la description détaillée du site (v. 3.3.8) afin de délimiter les lieux d'échantillonnage.

6.5.2 Échantillonnage des sols des milieux humides

6.5.2.1 Accès

Un certain nombre de facteurs doivent être pris en considération lors de l'échantillonnage des sols des milieux humides. Le plus important est l'accès au site et, plus particulièrement, au sol à échantillonner. Il est parfois difficile d'accéder au lieu d'échantillonnage, car les milieux humides sont souvent entourés de buissons denses et/ou d'eau, sans compter que l'échantillonnage lui-même peut soulever des problèmes du fait que le niveau d'eau et le terrain stable varient. Les sols des milieux humides peuvent se trouver sous des mètres d'eau ou flotter sur l'eau, d'où la difficulté et même le danger que soulève leur échantillonnage. Il est également difficile, voire impossible, de prélever des échantillons volumineux du fait que l'accès est restreint, qu'il est impossible d'utiliser un équipement lourd et que les milieux humides sont sensibles à toute perturbation. Ces facteurs peuvent limiter sérieusement le volume de sol pouvant servir aux essais biologiques, car les sols des milieux humides sont souvent constitués d'eau principalement (p. ex., ≤85 %), ce qui entraîne une perte notable de masse et de volume de sol lors du séchage. Il est donc recommandé de consulter à l'avance le laboratoire d'écotoxicologie afin de déterminer le volume de sol et le nombre d'échantillons à prélever aux fins des essais et, au besoin, pour ajuster le schéma expérimental relatif à l'évaluation du site.

6.5.2.2 Variabilité des milieux humides

La variabilité des milieux humides est un autre facteur marquant à prendre en considération. Les tourbières, en particulier, présentent une variation micro-environnementale notable. Dans les bogs et les fens, c'est sans doute la variation du microrelief occasionnée par la croissance végétative qui revêt le plus d'importance. Diverses espèces de sphaignes croissent sur les tertres dispersés entre de petites dépressions et des bassins inondés. Dans les bogs et les fens, elles colonisent le sommet plutôt que la base des tertres, et la plupart des plantes affichent une certaine zonation en lien avec la proximité d'une nappe phréatique saisonnière ou annuelle. Ces tertres forment également une mosaïque distributionnelle de diverses plantes vasculaires clés allant des petits arbustes comme le bouleau glanduleux ou le thé du Labrador jusqu'aux semis d'épinettes noires. Le microrelief marqué s'accompagne presque invariablement d'une variation latérale des caractéristiques hydrologiques et du degré de saturation des sols subsuperficiels. Il influe aussi sur la variation à petite échelle de la distribution des contaminants.

Il faut tenir compte du degré élevé de variation spatiale dans l'échantillonnage du sol d'un milieu humide. En règle générale, les unités d'échantillonnage sont relativement petites. Par exemple, on peut prélever des carottes de tourbe d'un diamètre de 10-20 cm sur une superficie de ≥1 m^2, sous forme d'échantillons individuels ou d'échantillons multiples regroupés en un échantillon composite. La surface supérieure du substrat à échantillonner devrait être établie arbitrairement comme étant le sommet des tertres situés à moins de quelques mètres de la zone d'intérêt.

Les changements verticaux des caractéristiques du sol des tourbières ont tendance à être graduels plutôt que très distincts et profonds. On trouve en surface des bryophytes et des plantes vasculaires en croissance active. Au-dessous de cette couche, il est souvent difficile de déterminer où s'arrête la croissance active des bryophytes et où commence véritablement l'accumulation de matière organique détritique. La profondeur de l'accumulation de matière organique dans les tourbières peut varier de quelques dizaines de centimètres à des dizaines de mètres ou plus. Dans le profil pédologique, le degré de saturation en eau a aussi tendance à changer très graduellement. Pour mesurer la hauteur de la nappe phréatique depuis la surface de la tourbière, on n'a qu'à pratiquer un trou ou un déblai. Au-dessus de cette hauteur, les sols tourbeux présentent toutefois un degré élevé de saturation, étant donné qu'ils sont très hydrophiles et que leur potentiel de capillarité est élevé. La transition entre le sol le plus saturé et le sol le moins saturé peut se situer à une très petite distance verticale (p. ex., quelques centimètres) ou à une très grande distance (p. ex., >0,5 m).

On connaît très peu les caractéristiques, la diversité ou la productivité des micro-organismes ou de la mésofaune en fonction de la profondeur des milieux humides du Canada. Toutefois, les résultats préliminaires d'études sur des tourbières boréales portent à croire que la mésofaune (dominée par les acariens du sol et les collemboles) abonde le plus dans la zone fibrique immédiatement adjacente aux mousses en croissance active et qu'elle est très limitée à des profondeurs situées sous la nappe phréatique (D. Bright, UMA Engineering, comm. pers., 2010). Les sols des milieux humides sont susceptibles d'afficher un fort gradient vertical du potentiel d'oxydoréduction, la zone oxydée superficielle occupant quelques centimètres ou plus, selon les conditions locales. Les concentrations de contaminants peuvent être plus élevées dans la zone entièrement saturée des milieux humides que dans la zone oxydée (non saturée), selon leurs caractéristiques physicochimiques et leur devenir.

6.5.2.3 Échantillonnage des milieux humides aux fins d'essais toxicologiques

Pour échantillonner le sol d'un milieu humide tourbeux, on peut prélever des carottes ou couper des mottes de tourbe à l'aide d'un couteau dentelé. Des chercheurs ont mis au point des échantillonneurs spéciaux pour milieux humides (en particulier les tourbières) (Zoltai, 1978; Cahoon et coll., 1996; Buttler et coll., 1998; LaForce et coll., 2000; Reinhardt et coll., 2000) (tableau G.1 de l'annexe G). On trouvera dans Sheppard et coll. (1993) une description de plusieurs outils et techniques d'échantillonnage de la tourbe, notamment des carottiers dont la tête de coupe est très aiguisée et/ou dentelée. Il n'est pas recommandé d'échantillonner des milieux humides tourbeux à l'aide de techniques de récolte de la tourbe, étant donné qu'elles détruisent l'habitat.

Les sols des eaux libres peu profondes, des marais et des marécages ne renferment pas d'accumulation de matière organique ou tourbeuse caractéristique des bogs et des fens – ce sont généralement des sols minéraux riches en nutriments. Étant donné que le niveau d'eau de ces milieux humides fluctue grandement d'une saison à l'autre, il est conseillé, dans la mesure du possible, de les échantillonner lorsque le niveau d'eau est bas, à l'aide des outils et techniques décrits précédemment (v. 3.6.5). Si l'échantillonnage d'un milieu humide submergé est nécessaire ou inévitable, il est recommandé d'utiliser les outils et techniques conçus pour l'échantillonnage des sédiments aux fins d'essais biologiques et décrits dans EC (1994).

6.5.2.4 Échantillonnage des milieux humides aux fins d'essais microbiens

Dans certains milieux humides, ce sont les communautés microbiennes qui prédominent. En conséquence, les essais microbiens sur les sols de ces milieux peuvent constituer un élément essentiel de l'évaluation d'un milieu humide contaminé (Mueller et coll., 2003). Lorsqu'on échantillonne le sol d'un milieu humide aux fins d'essais microbiens, on devrait tenir compte des conditions anaérobies du sol subsuperficiel, des interactions entre les communautés microbiennes et végétales, des changements saisonniers du niveau d'eau, de même que de la chimie du sol et de l'eau de porosité.

Les sols des milieux humides peuvent être aérobies ou anaérobies. Des conditions anaérobies peuvent apparaître sous la surface du sol et, souvent, la composition et la santé des communautés de micro-organismes qui prolifèrent dans cet environnement peuvent présenter un intérêt dans l'évaluation d'un lieu contaminé (Prietzel et coll., 2009). Lorsque des sols anaérobies sont soumis à des essais, il faut veiller au maintien des conditions anaérobies pendant le prélèvement, le transport et la préparation des échantillons, de même que pendant les essais. Il existe des outils et techniques conçus pour prélever des échantillons en anaérobie. Par exemple, on peut prélever les échantillons à l'aide d'une tarière en

acier, puis les transférer rapidement dans des bocaux en verre qu'on referme immédiatement et qu'on purge à l'argon pur par un trou pratiqué dans le couvercle (on bouche le trou une fois la purge effectuée) (Prietzel et coll., 2009). On a déjà employé des transporteurs à enceinte à vide pour maintenir en condition anaérobie des échantillons de sol intact d'une longueur de 20 cm prélevés à l'aide de carottiers à piston (LaForce et coll., 2000).

Les milieux humides étant très sensibles aux perturbations, la chimie et l'eau de porosité des échantillons peuvent changer pendant le transport, l'entreposage et la préparation (p. ex., séchage) de ceux-ci. Des changements touchant le pH du sol, la spéciation et la biodisponibilité des métaux, la biodisponibilité d'autres contaminants et des nutriments ainsi que le potentiel d'oxydoréduction peuvent se répercuter sur les communautés microbiennes des échantillons (Weider et Lang, 1986; Zoltai, 1995; LaForce et coll., 2000; Olde Venterink et coll., 2002). Pendant l'échantillonnage, le transport, l'entreposage et la préparation des échantillons, il faudrait prendre soin de modifier le moins possible les conditions normales de terrain.

L'eau de porosité du sol influe fortement sur les communautés microbiennes des milieux humides. Il faudrait donc établir les caractéristiques chimiques du sol et de son eau de porosité lorsqu'on échantillonne des milieux humides aux fins d'essais microbiens.

6.5.3 Transport des échantillons prélevés dans un milieu humide

En règle générale, les indications fournies en 3.8 s'appliquent au transport des échantillons prélevés dans un milieu humide. Comme les échantillons peuvent être humides et, donc, très lourds, il faudrait les répartir dans les récipients afin que ceux-ci ne soient pas trop difficiles à soulever. Si les échantillons sont lourds, leur étiquette de transport devrait indiquer leur poids. Les récipients à échantillon doivent être hydrofuges. Tous les échantillons devraient être conservés sur de la glace ou au froid (p. ex., 4 ± 2 °C) pendant leur transport. Dans le cas d'échantillons anaérobies, on devrait prendre des mesures spéciales afin de les maintenir en anaérobie pendant leur transport. La durée du transport devrait être réduite au minimum.

6.5.4 Entreposage des échantillons prélevés dans un milieu humide

Les indications fournies en 3.9.2 s'appliquent à l'entreposage des échantillons de sol prélevés dans un milieu humide. Il est particulièrement important d'entreposer les échantillons au froid (p. ex., 4 ± 2 °C) et dans l'obscurité, et il ne faudrait pas les congeler. La durée d'entreposage est fonction du type de sol, de contaminant et d'essai. Étant donné que les bogs et les fens pauvres (milieux humides où se forme de la tourbe) ont un faible taux de décomposition parce que leur pH est bas et que les nutriments sont liés à la tourbe, les conditions naturelles des échantillons de leur sol resteront inchangées pendant des périodes d'entreposage plus longues (préférablement <2 semaines, mais ≤6 semaines) que s'il s'agissait de marais, de marécages et de fens riches. La biodisponibilité des nutriments des marais, marécages et fens riches étant plus élevée, les sols de ces milieux humides présentent un taux plus élevé de production et de décomposition. Leurs caractéristiques (p. ex., pH, communautés microbiennes, spéciation et biodisponibilité des métaux et, selon le ou les contaminants, biodisponibilité d'autres contaminants) peuvent changer rapidement (Zoltai et Vitt, 1995). C'est pourquoi on recommande de procéder aux essais dès l'arrivée des échantillons au laboratoire d'écotoxicologie ou de réduire au minimum le temps d'entreposage (préférablement <72 h, mais ≤2 semaines). Dès les premières étapes du projet, le personnel chargé de l'échantillonnage et celui chargé des essais devraient coordonner leurs activités respectives afin de réduire ou d'éliminer le temps d'entreposage des échantillons.

Les échantillons de sol anaérobie ne devraient pas être perturbés (il ne faudrait pas ouvrir les récipients) avant les essais. Les échantillons de sol aérobie devraient être aérés au besoin afin de les maintenir en aérobie jusqu'aux essais. À cette fin, ouvrir les récipients afin de permettre un séchage passif du sol jusqu'à ce qu'il soit maniable (v. 3.10.3.1), mais éviter un assèchement complet. Si le sol est complètement saturé d'eau sans toutefois être submergé, il faudrait le laisser sécher à l'air le plus tôt possible après l'arrivée des échantillons au laboratoire, sinon des conditions anaérobies apparaîtront rapidement. Si l'échantillon est submergé à son arrivée au laboratoire, mais qu'il n'a pas été prélevé dans cet état (p. ex., s'il a été prélevé à l'état congelé ou s'il a perdu sa structure et que son humidité a remonté en surface), il devrait être décanté et séché à l'air dès que possible afin d'éviter l'apparition de conditions anaérobies (v. 3.10.3.1). Si l'échantillon

est submergé à son arrivée au laboratoire parce qu'il a été prélevé dans cet état, il ne devrait pas être perturbé avant les essais.

6.5.5 Préparation des échantillons prélevés dans un milieu humide

La manipulation et la préparation des échantillons de sol prélevés dans un milieu humide devraient être réduites le plus possible, et il n'est pas recommandé de conditionner les échantillons. S'il faut préparer les échantillons aux fins des essais, le sol ne reflètera plus les conditions *in situ* et les résultats des essais pourraient ne pas satisfaire aux OQD, et ce, peu importe le type de milieu humide. Il est vivement recommandé de caractériser chimiquement les échantillons avant et après toute forme de préparation afin de pouvoir quantifier tout changement attribuable à la préparation (v. 6.5.6).

Le séchage suivi ou non d'une ré-humectation altérera la chimie du sol. En conséquence, il faudrait déterminer soigneusement, en regard des objectifs de l'étude et/ou des OQD, s'il faut assécher les échantillons avant les essais (Das et Maiti, 2008). Les taux rapides de production et de décomposition microbiennes dans les sols des marais et marécages rendent ces sols très sensibles à des changements de la teneur en humidité, ce qui peut modifier non seulement la biodisponibilité des nutriments, mais aussi d'autres caractéristiques chimiques et biologiques de ces sols. Toutefois, selon les objectifs de l'étude, le séchage et la ré-humectation des échantillons de sol prélevés dans des marais et marécages afin de reproduire les fluctuations naturelles de leur teneur en humidité (variation saisonnière du niveau d'eau) peuvent parfois être indiqués.

Pendant la préparation des échantillons aux fins des essais, il faudrait porter une attention particulière aux effets possibles d'hystérésis, surtout dans le cas des sols tourbeux. Une hystérésis s'entend du changement qui survient dans les propriétés du sol, comme la diffusivité des gaz, la rétention d'eau, la teneur en air et la conductivité, lorsque celui-ci est ré-humecté après avoir été asséché (Caron et coll., 2008). Par exemple, les sols des milieux humides tourbeux peuvent devenir hydrophobes une fois séchés. L'hystérésis, lorsqu'elle survient, rend la ré-humectation très difficile et modifie les propriétés physiques du sol (Caron et coll., 2008). On ne peut mesurer la capacité de rétention d'eau de ces types de sols à partir de leur poids sec (EC, 2004a, 2005a, 2007a). On trouvera dans Parent et Caron (1993) une méthode convenant à la détermination de la capacité de rétention d'eau des sols tourbeux.

6.5.6 Caractérisation physique et chimique

On devrait se conformer aux recommandations fournies en 3.11 pour la caractérisation physique et chimique des sols des milieux humides, de même qu'aux indications supplémentaires qui suivent.

Comme les concentrations d'ammoniac et de sulfure peuvent, dans certaines conditions d'essai biologique, atteindre des niveaux suffisamment élevés pour influer sur les résultats des essais, elles devraient être mesurées avant de procéder aux essais. Les changements des conditions réductrices des sols des milieux humides peuvent aussi entraîner des modifications de la spéciation ou de la biodisponibilité des contaminants (Pascoe et coll., 1993; Das et Maiti, 2008; Prietzel et coll., 2009). Dans certains milieux humides, une bonne partie de la vie végétale est tributaire de l'activité microbienne (p. ex., dénitrification). Les changements touchant la chimie (p. ex., pH, potentiel d'oxydoréduction, nutriments) et la communauté microbienne des sols des milieux humides peuvent biaiser les résultats des essais biologiques à un point tel que ceux-ci ne reflèteront plus les conditions *in situ* aussi fidèlement qu'ils le pourraient. Comme pour les sols terrestres, il est important de connaître le comportement du ou des contaminants tant *in situ* que dans des conditions de laboratoire.

6.5.7 Choix des espèces expérimentales

En raison de la nature semi-aquatique des milieux humides, les espèces expérimentales standard actuelles ne conviennent généralement pas aux essais biologiques sur des sols des milieux humides. Le conditionnement de ces sols (p. ex., ajustement du pH, séchage) en fonction des besoins des espèces expérimentales standard est contre-indiqué, sans compter que cela introduirait des artefacts dans les données des essais toxicologiques. Il faut plutôt choisir des espèces naturellement adaptées ou tolérantes aux conditions observées dans le type de milieu humide à l'étude. Les formes les plus courantes d'évaluation des sols des milieux humides font appel à des communautés microbiennes indigènes (Steevens et coll., 1998; Mueller et coll., 2003) et, plus rarement, à des espèces végétales indigènes (Carbonell et coll., 1998). Il y a peu de chances de trouver des invertébrés du sol dans des milieux humides saturés (p. ex., ceux submergés par la nappe phréatique).

On a déjà procédé à des relevés écologiques pour caractériser les arthropodes des tourbières terrestres (Finnamore et Marshall, 1994). Environnement Canada est en train de mettre au point des méthodes d'essai toxicologique faisant appel à des espèces terrestres adaptées aux conditions de la forêt boréale, dont des plantes et des invertébrés des milieux humides (EC, 2009).

Références

AAC (Agriculture et Agro-alimentaire Canada). 1998. *Le système canadien de classification des sols (troisième édition)*. Publication 1646, Groupe de travail sur la classification des sols, Agriculture et Agroalimentaire Canada, Presses scientifiques du Conseil national de recherches du Canada, Ottawa (ON), en ligne : http://sis.agr.gc.ca/siscan/references/1998sc_a.html.

AC (Agriculture Canada). 1977. *Soils of Canada. Volume 1: Soil Report*. Clayton, J.S., Ehrlich, W.A., Cann, D.B., Day, J.H., et Marshall, I.B. (réd.), Commission canadienne de pédologie et Institut de recherche sur les sols, Approvisionnements et Services Canada, ISBN 0-660-00502-6, Ottawa (ON).

_____. 1981. *A soil mapping system for Canada: Revised*. Contribution n° 142, Institut de recherche sur les terres, Direction de la recherche, Agriculture Canada, Ottawa (ON), en ligne : http://sis.agr.gc.ca/cansis/publications/manuals/1981-142/81-142-soil-mapping.pdf.

AESA (Alberta Environmentally Sustainable Agriculture Program). 2001. *AESA soil quality benchmark study – soil organic matter*. Factsheet FS2001-ISQ, ASEA Soil Quality Program, Conservation and Development Branch, Alberta Agriculture, Food and Rural Development, Edmonton (AB).

AINC (Affaires indiennes et du Nord Canada). 2009. *Lignes directrices pour la conception et la mise en œuvre de Programmes de surveillance des répercussions sur le milieu aquatique pour les projets de développement dans les T.N.-O.* Préparé par MacDonald Environmental Sciences Ltd. et Zajdlik and Associates Inc., en association avec la Division des ressources hydriques, Yellowknife (NT).

Anaka, A., Wickstrom, M., et Siciliano, S.D. 2008. « Increased sensitivity and variability of phytotoxicity responses in arctic soils to a reference toxicant, boric acid », *Environmental Toxicology and Chemistry*, 27(3):720-26.

Association canadienne de normalisation. 2001. *Évaluation environnementale de site, phase 1*. Z768-F01 (C2006).

ASTM (American Society for Testing and Materials). 1993. *Standard guide for conducting a terrestrial soil-core microcosm test*. E1197, West Conshohocken (PA).

_____. 2001. *Standard guide for conducting laboratory soil toxicity test with the nematode* Caenorhabditis elegans. E2172-01, West Conshohocken (PA).

_____. 2004. *Standard guide for conducting laboratory soil toxicity test or bioaccumulation tests with the lumbricid earthworm* Eisenia fetida *and the enchytraeid potworm* Enchytraeus albidus. E1676-04, West Conshohocken (PA).

_____. 2005. *Guide for selection of soil and rock sampling devices with drill rigs for environmental investigations*. D6169, West Conshohocken (PA).

_____. 2006a. *Standard classification of soil for engineering purposes. (Unified Soil Classification System)*. D2487, West Conshohocken (PA).

_____. 2006b. *Standard guide for soil sampling from the vadose zone*. D4700-91, West Conshohocken (PA).

_____. 2006c. *Standard guide for sampling waste piles*. D6009-96, West Conshohocken (PA).

_____. 2008a. *Standard practice for decontamination of field equipment used at nonradioactive waste sites*. D5088-90, West Conshohocken (PA).

_____. 2008b. *Standard test method for penetration test (SPT) and split-barrel sampling of soils*. D1586-08, West Conshohocken (PA).

_____. 2008c. *Standard practice for thin-walled tube sampling of soils for geotechnical purposes*. D1587, West Conshohocken (PA).

_____. 2008d. *Standard practice for using hollow-stem augers for geotechnical exploration and soil sampling*. D6151, West Conshohocken (PA).

_____. 2009a. *Standard practice for soil investigation and sampling by auger borings*. D1452, West Conshohocken (PA).

_____. 2009b. *Standard practice for thick wall, ring-lined, split barrel, drive sampling of soils*. D3550, West Conshohocken (PA).

Athey, L.A., Thomas, J.M., et Skalski, J.R. 1987. *Role of acute toxicity bioassays in the remedial action process at hazardous waste sites*. EPA/600/8-87/044, Environmental Research Laboratory, United States Environmental Protection Agency, Corvallis (OR).

Bailey, V.L., Bolton, Jr., H., et Smith, J.L. 2008. « Substrate-induced respiration and selective inhibition as measures of microbial biomass in soils », dans Carter, M.R., et Gregorich, E.G. (dir.), *Soil sampling and methods of analysis*, 2e éd., Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

Bélanger, N., et Van Rees, K.J.C. 2008. « Sampling forest soils », dans Carter, M.R., et Gregorich, E.G. (dir.), *Soil sampling and methods of analysis*, 2e éd., Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

Bélanger, N., Paré, D., et Hendershot, W.H. 2008. « Determining nutrient availability in forest soils », dans Carter, M.R., et Gregorich, E.G. (dir.), *Soil sampling and methods of analysis*, 2e éd., Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

Bellhouse, D.R., et Sutradhar, B.C. 1988. « Variance estimation for systematic sampling when autocorrelation is present », *The Statistician*, 37:327-332.

Beyaert, R.P., et Fox, C.A. 2008. « Assessment of soil biological activity », dans Carter, M.R., et Gregorich, E.G. (dir.), *Soil sampling and methods of analysis*, 2e éd., Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

Blaylock, A.D. 1994. *Soil salinity, salt tolerance and growth potential of horticultural and landscape plants*. Department of Plant, Soil, and Insect Sciences, College of Agriculture, University of Wyoming Cooperative Extension Service, B-988.

Bombardier, M. 2004. *Soil microcosm test systems for assessing the potential environmental effects of chemical or microbial substances: A review*. Document interne, Section de l'élaboration et de l'application des méthodes, Centre de technologie environnementale, Environnement Canada, Ottawa (ON).

Breckenridge, R.P., et Crockett, A.B. 1995. *Determination of background concentrations of inorganics in soils and sediments at hazardous waste sites*. EPA/540/S-96/500.

Buttler, A., Grosvernier, P., et Matthey, Y. 1998. « A new sampler for extracting undisturbed surface peat cores for growth pot experiments », *New Phytologist*, 140(2):355-360.

Cahoon, D.R., Lynch, J.C., et Knaus, R.M. 1996. « Improved cryogenic coring device for sampling wetland soils », *Journal of Sedimentary Research*, 66:1025-1027.

Campbell, D.A., Cole, C.A., et Brooks, R.P. 2002. « A comparison of created and natural wetlands in Pennsylvania, USA », *Wetlands Ecology and Management* (2002), 10(1):41-49.

Carbonell, A.A., Aarabi, M.A., DeLaune, R.D., Gambrell, R.P., Patrick, Jr., W.H. 1998. « Arsenic in wetland vegetation: Availability, phytotoxicity, uptake and effects on plant growth and nutrition », *Science of the Total Environment* (1998), 217(3):189-199.

Caron, J., Elrick, D.E., Michel, J.C., et Naasz, R. 2008. « Physical properties of organic soils and growing media: Water and air storage and flow dynamics », dans Carter, M.R., et Gregorich, E.G. (dir.), *Soil sampling and methods of analysis*, 2e éd., Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

Carter, M.R. (dir.). 1993. *Soil Sampling and Methods of Analysis*. Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

Carter, M.R., et Gregorich, E.G (dir.). 2008. *Soil Sampling and Methods of Analysis*, 2e éd., Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

CCME (Conseil canadien des ministres de l'environnement). 1993a. *Guide pour l'échantillonnage, l'analyse des échantillons et la gestion des données des lieux contaminés – Volume I : Rapport principal*. PN 1102, Sous-comité du CCME sur les critères de qualité environnementale pour les lieux contaminés, Programme national d'assainissement des lieux contaminés, Winnipeg (MB).

_____. 1993b. *Guide pour l'échantillonnage, l'analyse des échantillons et la gestion des données des lieux contaminés – Volume II : Sommaires des méthodes d'analyse*. PN 1104, Sous-comité du CCME sur les critères de qualité environnementale pour les lieux contaminés, Programme national d'assainissement des lieux contaminés, Winnipeg (MB).

_____. 1996a. *Cadre pour l'évaluation du risque écotoxicologique : Orientation générale*. PN 1196, Sous-comité du CCME sur les critères de qualité environnementale pour les lieux contaminés, Programme national d'assainissement des lieux contaminés, Winnipeg (MB).

_____. 1996b. *Document d'orientation sur l'établissement d'objectifs particuliers à un terrain en vue d'améliorer la qualité du sol des lieux contaminés au Canada*. PN 1198, Sous-comité du CCME sur les critères de qualité environnementale pour les lieux contaminés, Programme national d'assainissement des lieux contaminés, Winnipeg (MB).

_____. 1997. *Cadre pour l'évaluation du risque écotoxicologique : Annexes techniques*. PN 1274, Sous-comité du CCME sur les critères de qualité environnementale pour les lieux contaminés, Programme national d'assainissement des lieux contaminés, Winnipeg (MB).

_____. 1999. *Protocole pour l'élaboration de recommandations pour la qualité des sédiments en vue de la protection de la vie aquatique*. CCME EPC-98F, en ligne : http://ceqg-rcqe.ccme.ca/download/fr/138.

_____. 2006. *Protocole d'élaboration de recommandations pour la qualité des sols en fonction de l'environnement et de la santé humaine*. PN 1333, ISBN 10 1-896997-45-7 (PDF).

Certini, G., Campbell, C.D., et Edwards, A.C. 2004. « Rock fragments in soil support a different microbial community from the fine earth », *Soil Biology and Biochemistry*, 36(2004):1119-1128.

CNRC (Conseil national de recherches du Canada). 1995. *Toxicity testing applied to soil ecotoxicology*. Compte rendu des ateliers tenus les 28 et 29 novembre 1995, à Montréal (QC), sous l'égide de l'Institut de recherche en biotechnologie du CNRC, d'Environnement Canada et du ministère de l'Environnement et de la Faune du Québec.

Cochran, W.G. 1977. *Sampling Techniques*. 3e éd., John Wiley & Sons, Toronto (ON).

Compton, R. 1985. *Geology in the field*. John Wiley & Sons, New York (NY), ISBN 0-471-82902-1.

Conservation de la nature Canada. 2009. *Alvars de l'Ontario*. En ligne : http://support.natureconservancy.ca/site/News2?abbr=on_cnc_&page=NewsArticle&id=6097.

Cordy, C. 1993. « An extension of the Horvitz-Thompson theorem to point sampling from a continuous universe », *Statistics and Probability Letters*, 18(5):353-362.

Crepin, J., et Johnson, R.L. 1993. « Soil sampling for environmental assessment », dans Carter, M.R. (dir.), *Soil Sampling and Methods of Analysis*, Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

Cressie, N.C. 1993. *Statistics for spatial data*. John Wiley & Sons, Toronto (ON).

Culley, J.L.B. 1993. « Density and compressibility », dans Carter, M.R. (dir.), *Soil Sampling and Methods of Analysis*, Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

Dalpé, Y., et Hamel, C. 2008. « Arbuscular *mycorrhizae* », dans Carter, M.R., et Gregorich, E.G. (dir.). *Soil sampling and methods of analysis*, 2e éd., Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

Danke, H.V. 1981. *Arctic Arthropods – A review of systematic and ecology with particular reference to the North American fauna*. Société d'entomologie du Canada, Ottawa (ON).

Das, M., et Maiti, S.K. 2008. « Comparison between availability of heavy metals in dry and wetland tailing of an abandoned copper tailing pond », *Environmental Monitoring Assessment*, 137:343-350.

Dayton, E.A., Basta, N.T., Payton, M.E., Bradham, K.D., Schroder, J.L., et Lanno, R.P. 2006. « Evaluating the contribution of soil properties to modifying lead phytoavailability and phytotoxicity », *Environmental Toxicology and Chemistry*, 25(3):719-725.

Department of Environment (UK). 1994. *Guidance on Preliminary Site Inspection of Contaminated Land*. CLR n° 2, vol. 2 (de 2), préparé par Environmental Research Centre Ltd., en ligne : www.eugris.info/envdocs/CLR02_02.pdf.

Dirven-van Breemen, E.M., Mesman, M., Rutgers, M., Jensen, J., Sorokin, N., Bierkens, J., Ter Laak, T., Erlacher, L., et Bogolte, T. 2006. « The case study Skagen, Denmark », dans Jensen, J., et Mesman, M. (dir.), *Ecological risk assessment of contaminated land: Decision support for site specific investigations*, RIVM, rapport n° 711701047, ISBN 978-90-6960-138-0.

Drury, C.F., Hart, S.C., et Yan, X.M. 2008a. « Nitrification techniques for soils », dans Carter, M.R., et Gregorich, E.G. (dir.). *Soil sampling and methods of analysis*, 2e éd., Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

Drury, C.F., Myrold, D.D., Beauchamp, E.G., et Reynolds, W.D. 2008b. « Denitrification techniques for soils », dans Carter, M.R., et Gregorich, E.G. (dir.), *Soil sampling and methods of analysis*, 2e éd., Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

EC (Environnement Canada). 1994. *Document d'orientation sur le prélèvement et la préparation de sédiments en vue de leur caractérisation physicochimique et d'essais biologiques*. Rapport SPE 1/RM/29, Direction du développement technologique, Environnement Canada, Ottawa (ON).

_____. 1999. *Guide des essais écotoxicologiques employant une seule espèce et de l'interprétation de leurs résultats*. Rapport SPE 1/RM/34, Section de l'élaboration et de l'application des méthodes, Centre de technologie environnementale, Environnement Canada, Ottawa (ON).

_____. 2002a. *Bulletin d'assistance technique #1. Procédure d'analyse de tête*. Division des programmes nucléaires et des contaminants de l'environnement, Direction générale de la protection de l'environnement, Environnement Canada, région de l'Ontario, en ligne : www.on.ec.gc.ca/pollution/ecnpd/tabs/tab01-f.html.

_____. 2002b. *Bulletin d'assistance technique #6 : Autres méthodes de tri sur le terrain*. Division des programmes nucléaires et des contaminants de l'environnement, Direction générale de la protection de l'environnement, Environnement Canada, région de l'Ontario, en ligne : www.on.ec.gc.ca/pollution/ecnpd/tabs/tab06-f.html.

_____. 2002c. *Guide pour l'étude du suivi des effets sur l'environnement aquatique par les mines de métaux*. Bureau national des ESEE, Environnement Canada, Ottawa (ON), en ligne : www.ec.gc.ca/eem/pdf_publications/français/chapitre1.pdf.

_____. 2003a. *Toxicity test methodologies for assessing the impacts of contaminant mixtures in soil using terrestrial species of ecological relevance to Canadian soil systems*. Compte rendu de l'atelier tenu du 19 au 21 février 2003 au Centre des sciences de l'environnement, région du Pacifique, North Vancouver (BC).

_____. 2003b. *Toxicity test methodologies for assessing the impacts of contaminant mixtures in soil using terrestrial species of ecological relevance to Canadian soil systems: Workshop Appendices*. Atelier tenu du 19 au 21 février 2003 au Centre des sciences de l'environnement, région du Pacifique, North Vancouver (BC).

_____. 2004a. *Méthode d'essai biologique : Essais pour déterminer la toxicité de sols contaminés pour les vers de terre* Eisenia andrei, Eisenia fetida *ou* Lumbricus terrestris. Rapport SPE 1/RM/43, Section de l'élaboration et de l'application des méthodes, Centre des sciences et technologies environnementales, Environnement Canada, Ottawa (ON).

_____. 2004b. *Guide technique pour l'Étude du suivi des effets sur l'environnement aquatique par les fabriques de pâtes et papiers*. Institut national de recherche sur les eaux, Bureau national des ESEE, Environnement Canada, Gatineau (QC).

_____. 2005a. *Méthode d'essai biologique : Essai de mesure de la levée et de la croissance de plantes terrestres exposées à des contaminants dans le sol*. Rapport SPE 1/RM/45, Section de l'élaboration et de l'application des méthodes, Centre des sciences et technologies environnementales, Environnement Canada, Ottawa (ON).

_____. 2005b. *Cadre écologique du Canada – Description des écozones et écorégions – Écozones terrestres du Canada*. En ligne : http://ecozones.ca/français/zone/index.html.

_____. 2007a. *Méthode d'essai biologique : Essai de mesure de la survie et de la reproduction de collemboles exposés à des contaminants dans le sol*. Rapport SPE 1/RM/47, Section de l'élaboration et de l'application des méthodes, Centre des sciences et technologies environnementales, Environnement Canada, Ottawa (ON).

_____. 2007b. *Sampling of Contaminated Soils in the Swan Hills and Peace River Areas of Alberta*. Préparé pour la section de l'élaboration et de l'application des méthodes, Centre de technologie environnementale, Environnement Canada, Ottawa (ON), par EcoDynamics Consulting Inc., Prince Albert (SK).

_____. 2008. *Cadre décisionnel pour Canada-Ontario concernant l'évaluation des sédiments contaminés des Grands Lacs*. Groupe de travail sur les sédiments de l'ACO (Accord Canada-Ontario), en ligne : http://dsp-psd.pwgsc.gc.ca/collection_2010/ec/En164-14-2007-fra.pdf.

_____. 2009. *PERD Status Report 2009*. Document interne, Section de l'évaluation biologique et normalisation, Environnement Canada.

EC et SRC (Environnement Canada et Saskatchewan Research Council). 2007. *Validation of toxicology test methods for assessing petroleum hydrocarbon and brine spills in boreal forest soils*. Préparé pour l'Environmental Research Advisory Council, Association canadienne des producteurs de pétrole, par la Division des méthodes biologiques, Environnement Canada, et l'Environment and Forestry Division, Saskatchewan Research Council.

Echevarria, G., Massoura, S.T., Sterckman, T., Becquer, T., Schwartz, C., et Morel, J.L. 2006. « Assessment and control of the bioavailability of nickel in soils », *Environmental Toxicology and Chemistry*, 25(3):643-651.

Ehrlichmann, H., Eisenträger, A., Möller, M., et Dott, W. 1997. « Effect of storage conditions of soil on ecotoxicological assessment », *International Biodeterioration and Biodegradation*, 39(1):55-59.

ESG (ESG International Inc.). 2000. *Assessment of the biological test methods for terrestrial plants and soil invertebrates: Metals*. Préparé pour la Section de l'élaboration et de l'application des méthodes, Centre de technologie environnementale, Environnement Canada, Ottawa (ON).

Fierer, N., et Schimel, J.P. 2002. « Effects of drying-rewetting frequency on soil carbon and nitrogen transformations », *Soil Biology and Biochemistry*, 34:777-787.

Finnamore, A.T., et Marshall, S.A. (dir.). 1994. « Terrestrial arthropods of peatlands, with particular reference to Canada », *Memoirs of the Entomological Society of Canada*, 169:3-289.

Flores, A.L., Martínez, L.I., et Ferrer, C.M. 2003. « Systematic sample design for the estimation of spatial means », *Environmetrics*, 14:45–61.

Forbes, V.E., et Forbes, T.L. 1994. *Ecotoxicology in theory and practice*. Chapman & Hall Ecotoxicology Series 2, Londres.

Fränzle, O., et Kuhnt, G. 1994. « Fundamentals of representative soil sampling », dans Kuhnt, G., et Muntau, H., *Euro-Soils – Identification, collection, treatment, characterization*, publication spéciale n° 1.94.60, Institut de l'environnement, Commission européenne, Laboratoire d'Ispra, Italie.

Garcia, M.V. 2004. *Effects of pesticides on soil fauna: Development of ecotoxicological test methods for tropical regions*. Ecology and Development Series No. 19, Zentrum fuer Entwicklungsforschung, Université de Bonn, Allemagne.

Garcia, M.V., Römbke, J., de Brito, M.V.T., et Scheffczyk, A. 2008. « Effects of three pesticides on the avoidance behaviour of earthworms in laboratory tests performed under tropical conditions », *Environmental Pollution*, 153:450-456.

Gaudet, C., Bright, D., Adare, K., et Potter, K. 2001. « A rank-based approach for deriving Canadian soil and sediment quality guidelines », dans Posthuma, L., et Suter, G.W. (dir.), *The use of species sensitivity distributions (SSD) in ecotoxicology*, CRC Press, Boca Raton (FL).

Germida, J.J. 1993. « Cultural methods for soil microorganisms », dans Carter, M.R. (dir.), *Soil sampling and methods of analysis*. Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

Gilbert, R.O. 1987. *Statistical methods for environmental pollution monitoring*. Van Nostrand Reinhold, New York (NY).

Green, R.N., Trowbridge, R.L., et Klinka, K. 1993. *Towards a taxonomic classification of humus forms*. Forest Science Monograph 29, Society of American Foresters, Bethesda (MD).

Greene, J.C., Bartels, C.L., Warren-Hicks, W.J., Parkhurst, B.R., Linder, G.L., Peterson, S.A., et Miller, W.E. 1989. *Protocols for short term toxicity screening of hazardous waste sites*. EPA/600/3-88/029, préparé par : Hazardous Waste Assessment Team, Corvallis Environmental Research Laboratory, US Environmental Protection Agency, Corvallis (OR); Northrop Services Incorporated, Corvallis (OR); Kilkelly Environmental Associates, Raleigh (NC); pour : Office of Research and Development, Corvallis Environmental Research Laboratory, United States Environmental Protection Agency, Corvallis (OR).

Groupe de travail sur les pédo-paysages du Canada. 2007. *Pédo-paysages du Canada version 3.1.1 Agriculture et Agroalimentaire Canada* (carte numérique et base de données à l'échelle de 1/1 million), en ligne : http://sis.agr.gc.ca/siscan/nsdb/slc/v3.1.1/intro.html.

Hatscan. 2006. *Handi-Guide to Alberta's OH&S Act, Regulation and Code*. 2e éd., Hatscan Part 32, Excavating and Tunnelling, ISBN 978-1-895056-40-4.

Hausenbuiller, R.L. 1985. *Soil science: Principles and practices*. 3e éd., W.C. Brown Publisher, Dubuque (IA).

Hazardous Waste Consultant. 1992. « Soil sampling and analysis – Practices and pitfalls », article spécial paru dans *The Hazardous Waste Consultant*, McCoy and Associates Inc., novembre/décembre 1992.

Hoagland, D.R., et Arnon, D.I. 1950. *The water culture method of growing plants without soil*. Circular No. 347, California Agricultural Experimental Station, University of California, Berkeley (CA).

Horvitz, D.G., et Thompson, D.J. 1952. « A generalization of sampling without replacement from a finite-universe », *Journal of the American Statistical Association*, 47:663-685.

Hund-Rinke, K., et Wiechering, H. 2001. « Earthworm avoidance test for soil assessments; an alternative for acute and reproduction tests », *Journal of Soils and Sediments*, 1(1):15-20.

Hund-Rinke, K., Achazi, R., Römbke, J., et Warnecke, D. 2003. « Avoidance test with *Eisenia fetida* as indicator for the habitat function of soils: results of a laboratory comparison test », *Journal of Soils and Sediments*, 3(1):7-12.

Iachan, R. 1982. « Systematic sampling: A critical review », *International Statistical Review*, 50:293-303.

Isaaks, E.H., et Srivastava, R.M. 1989. *An introduction to applied geostatistics*. Oxford University Press.

ISO (Organisation internationale de normalisation). 1993a. *11268-1. Qualité du sol -- Effets des polluants vis-à-vis des vers de terre (*Eisenia fetida*) -- Partie 1 : Détermination de la toxicité aiguë en utilisant des substrats de sol artificiel*. Genève, Suisse.

_____. 1993b. *11269-1. Qualité du sol -- Détermination des effets des polluants sur la flore du sol -- Partie 1 : Méthode de mesurage de l'inhibition de la croissance des racines*. Genève, Suisse.

_____. 1995. *11269-2. Qualité du sol -- Détermination des effets des polluants sur la flore du sol -- Partie 2 : Effets des sols contaminés sur l'émergence et la croissance des végétaux supérieurs*. Genève, Suisse.

_____. 1997a. *14240-2. Qualité du sol -- Détermination de la biomasse microbienne du sol -- Partie 2 : Méthode par fumigation-extraction*. Genève, Suisse.

_____. 1997b. *14240-1. Qualité du sol -- Détermination de la biomasse microbienne du sol -- Partie 1 : Méthode par respiration induite par le substrat*. Genève, Suisse.

_____. 1997c. *14238. Qualité du sol -- Méthodes biologiques -- Détermination de la minéralisation de l'azote et de la nitrification dans les sols, et de l'influence des produits chimiques sur ces processus*. Genève, Suisse.

_____. 1998. *11268-2. Qualité du sol -- Effets des polluants vis-à-vis des vers de terre (*Eisenia fetida*) -- Partie 2: Détermination des effets sur la reproduction*. Genève, Suisse.

_____. 1999. *11267-2. Qualité du sol -- Inhibition de la reproduction de* Collembola *(*Folsomia candida*) par des polluants du sol*. Genève, Suisse.

_____. 2000. *13829. Qualité de l'eau -- Détermination de la génotoxicité des eaux et des eaux résiduaires à l'aide de l'essai umu*. Genève, Suisse.

_____. 2001. *10381-3. Qualité du sol -- Échantillonnage -- Partie 3 : Lignes directrices relatives à la sécurité*. Genève, Suisse.

_____. 2002a. *10381-1. Qualité du sol -- Échantillonnage -- Partie 1 : Lignes directrices pour l'établissement des programmes d'échantillonnage*. Genève, Suisse.

_____. 2002b. *10381-2. Qualité du sol -- Échantillonnage -- Partie 2 : Lignes directrices pour les techniques d'échantillonnage*. Genève, Suisse.

_____. 2002c. *10381-8. Qualité du sol -- Échantillonnage -- Partie 8 : Lignes directrices pour l'échantillonnage des stocks de réserve*. Genève, Suisse.

_____. 2002d. *16072. Qualité du sol -- Méthodes de laboratoire pour la détermination de la respiration microbienne du sol*. Genève, Suisse.

_____. 2002e. *17155. Qualité du sol -- Détermination de l'abondance et de l'activité de la microflore du sol à l'aide de courbes de respiration*. Genève, Suisse.

_____. 2003a. *10381-4. Qualité du sol -- Échantillonnage -- Partie 4 : Lignes directrices pour les procédures d'investigation des sites naturels, quasi-naturels et cultivés*. Genève, Suisse.

_____. 2003b. *15799. Qualité du sol -- Lignes directrices relatives à la caractérisation éco-toxicologique des sols et des matériaux du sol*. Genève, Suisse.

_____. 2004a. *16387. Qualité du sol -- Effets des polluants sur les* Enchytraeidae *(*Enchytraeus *sp.) -- Détermination des effets sur la survie et la reproduction*. Genève, Suisse.

_____. 2004b. 15685. *Qualité du sol -- Détermination de la nitrification potentielle et inhibition de la nitrification -- Essai rapide par oxydation de l'ammonium*. Genève, Suisse.

_____. 2004c. *8692. Qualité de l'eau -- Essai d'inhibition de la croissance des algues d'eau douce avec des algues vertes unicellulaires*. Genève, Suisse.

_____. 2005a. *11074. Qualité du sol -- Vocabulaire*. Genève, Suisse.

_____. 2005b. *10381-5. Qualité du sol -- Échantillonnage -- Partie 5 : Lignes directrices pour la procédure d'investigation des sols pollués en sites urbains et industriels*. Genève, Suisse

_____. 2005c. *10381-7. Qualité du sol -- Échantillonnage -- Partie 7 : Lignes directrices pour l'échantillonnage des gaz du sol*. Genève, Suisse.

_____. 2005d. *17126. Qualité du sol -- Détermination des effets des polluants sur la flore du sol -- Essai de détection de l'émergence des plantules de laitue (*Lactuca sativa *L.)*. Genève, Suisse.

_____. 2005e. *20963. Qualité du sol -- Effets des polluants vis-à-vis des larves d'insectes (*Oxythyrea funesta*) -- Détermination de la toxicité aiguë*. Genève, Suisse.

_____. 2005f. *22030. Qualité du sol -- Méthodes biologiques -- Toxicité chronique sur les plantes supérieures*. Genève, Suisse.

_____. 2005g. *23753-1. Qualité du sol -- Détermination de l'activité des déshydrogénases dans les sols -- Partie 1 : Méthode au chlorure de triphénylitétrazolium (CTT)*. Genève, Suisse.

_____. 2005h. *23753-2. Qualité du sol -- Détermination de l'activité des déshydrogénases dans les sols -- Partie 2 : Méthode au chlorure de iodotétrazolium (CTT)*. Genève, Suisse.

_____. 2006a. *10381-6. Qualité du sol -- Échantillonnage -- Partie 6 : Lignes directrices pour la collecte, la manipulation et la conservation, dans des conditions aérobies, de sols destinés à l'évaluation en laboratoire des processus, de la biomasse et de la diversité microbiens* (version provisoire). Genève, Suisse.

_____. 2006b. *15952. Qualité du sol -- Effets des polluants vis-à-vis des escargots juvéniles (*Helicidae*) -- Détermination des effets sur la croissance par contamination du sol*. Genève, Suisse.

_____. 2006c. *23611-6. Qualité du sol -- Prélèvement des invertébrés du sol -- Partie 6 : Lignes directrices pour la conception de programmes d'échantillonnage des invertébrés du sol*. Genève, Suisse.

_____. 2006d. *10381-8. Qualité du sol -- Échantillonnage -- Partie 8 : Lignes directrices pour l'échantillonnage des stocks de réserve*. Genève, Suisse.

_____. 2007a. *18512. Qualité du sol -- Lignes directrices relatives au stockage des échantillons de sol à court et à long termes*. Genève, Suisse.

_____. 2007b. *11348-1. Qualité de l'eau -- Détermination de l'effet inhibiteur d'échantillons d'eau sur la luminescence de* Vibrio fischeri *(Essai de bactéries luminescentes) -- Partie 1 : Méthode utilisant des bactéries fraîchement préparées*. Genève, Suisse.

_____. 2008a. *17512-1. Qualité du sol -- Essai d'évitement pour contrôler la qualité des sols et les effets des produits chimiques sur le comportement -- Partie 1 : Essai avec des vers de terre (*Eisenia andrei *et* Eisenia fetida*)*. Genève, Suisse.

_____. 2008b. *10871. Qualité de l'eau -- Détermination de l'inhibition de l'activité déshydrogénase de* Arthrobacter globiformis *-- Essai de contact avec le colorant redox résazurine* (version provisoire). Genève, Suisse.

Jackson, N.E., Corey, J.C., Frederick, L.R., et Pick, Jr., J.C. 1967. « γ-Irradiation and the microbial population of soils at two water contents », *Soil Science Society of America, Proceedings 31* (2e éd.).

Jänsch, S., Amorim, M.J., et Rönnbke, J. 2005. « Identification of the ecological requirements of important terrestrial ecotoxicological test species », *Environmental Reviews*, 13:51-83.

Janssen, R.P.T., Posthuma, L., Baerselman, R., Hollander, R.A.D., van Veen, R.P.M., et Peijnenburg, W.J.G.M. 1997. « Equilibrium partitioning of heavy metals in Dutch field soils. II. Prediction of metal accumulation in earthworms », *Environmental Toxicology and Chemistry*, 16:2479-2488.

Jensen, J., et Mesman, M. (dir.). 2006. *Ecological risk assessment of contaminated land: Decision support for site specific investigations*, rapport n° 711701047, RIVM, ISBN 978-90-6960-138-0.

Jensen, J., Sorokin, N., Dirven-van Breemen, E.M., Bogolte, T., Erlacher, E., Ehlers, C., Ter Laak, T., Hartnik, T., Bierkens, J., Rutgers, M., et Mesman, M. 2006a. « A triad-based selection of tools for site-specific assessment of ecological risk », dans Jensen, J., et Mesman, M. (dir.). *Ecological risk assessment of contaminated land: Decision support for site specific investigations*, rapport n° 711701047, RIVM, ISBN 978-90-6960-138-0.

Jensen, J., Mesman, M., Bierkens, J., et Rutgers, M. 2006b. « Principles and concepts in ecological risk assessment », dans Jensen, J., et Mesman, M. (dir.). *Ecological risk assessment of contaminated land: Decision support for site specific investigations*, rapport n° 711701047, RIVM, ISBN 978-90-6960-138-0.

Journel, A.G., et Huijbregts, C.J. 1978. *Mining Geostatistics*. Academic Press, Londres.

Kerr, M., et Stewart, A.J. 2003. « Tolerance test of *Eisenia fetida* for sodium chloride », *U.S. Department of Energy Journal of Undergraduate Research*, 3:21-25.

Klinka, K., Green, R.N., et Trowbridge, R.L. 1981. *Taxonomic classification of humus forms in ecosystems of British Columbia. First approximation*. Ministère des forêts de la Colombie-Britannique.

Knacker, T., Van Gestel, C.A., Jones, S.E., Soares, A.M., Schallnaß, H.J., Förster, B., et Edwards, C.A. 2004. « Ring-testing and field validation of a Terrestrial Model Ecosystem (TME) – An instrument for testing potentially harmful substances: Conceptual Approach and Study Design. » *Ecotoxicology*, 13:9-27.

Kools, S.A., Boivin, M.E., Van Der Wurff, A.W., Berg, M.P., Van Gestel, C.A., et Van Straalen, N.M. 2009. « Assessment of structure and function in metal polluted grasslands using Terrestrial Model Ecosystems », *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 72:51-59.

Kuperman, R., Williams, G., et Parmelee, R. 1998. « Spatial variability in the soil food webs in a contaminated grassland ecosystem », *Applied Soil Ecology*, 9:509-514.

Kuperman, R., Knacker, T., Checkai, R., et Edwards, C. 2002. « Multispecies and multiprocess assays to assess the effects of chemicals on contaminated sites », dans Sunahara, G., Renoux, A., Thellen, C., Gaudet, C., et Pilon, A. (dir.), *Environmental analysis of contaminated sites*, John Wiley & Sons.

Kuperman, R.G., Checkai, R.T., Simini, M., Phillips, C.T., Kolakowski, J.E., et Kurnas, C.W. 2005. « Weathering and aging of 2,4,6-trinitrotoluene in soils increases toxicity to potworm *Enchytraeus crypticus* », *Environmental Toxicology and Chemistry*, 24(10):2509-2518.

_____. 2006. « Toxicities of dinitrotoluenes and trinitrobenzene freshly amended or weathered and aged in a sandy loam soil to *Enchytraeus crypticus* », *Environmental Toxicology and Chemistry*, 25(5):1368-1375.

LaForce, M.J., Hansel, C.M., et Fendorf, S. 2000. « Constructing simple wetland sampling devices », *Soil Science Society of America Journal*, 64:809-811.

Langdon, C.J., Pierce, T.G., Meharg, A.A., Semple, K.T. 2003. « Interactions between earthworms and arsenic in soil: a review », *Environmental Pollution*, 124:361-373.

Lanno, R. (dir.). 2003. *Contaminated soils: From soil-chemical interactions to ecosystem management*. Society of Toxicology and Chemistry, Pensacola (FL).

Linder, G., Ingham, E., Brandt, C.J., et Henderson, G. 1992. *Evaluation of terrestrial indicators for use in ecological assessments at hazardous waste sites*. EPA/600/R-92/183, Office of Research and Development, United States Environmental Protection Agency, Washington (DC).

Loibner, A., Jensen, J., Ter Laak, T., Celis, R., et Hartnik, T. 2006. « Sorption and ageing of soil contamination », dans Jensen, J., et Mesman, M. (dir.). *Ecological risk assessment of contaminated land: Decision support for site specific investigations*, rapport n° 711701047, RIVM, ISBN 978-90-6960-138-0.

Lotrario, J.B., Stuart, B.J., Lam, T., Arands, R.R., O'Connor, O.A., et Kosson, D.S. 1995. « Effects of sterilization methods of physical characteristics of soil: Implications for sorption isotherm analyses », *Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology*, 54:668-675.

Luttmerding, H.A., Demarchi, D.A., Lea, E.C., Meidinger, D.V., et Vold, T. (dir.). 1990. *Describing Ecosystems in the Field*. 2e éd., ministère de l'Environnement et ministère des Forêts de la Colombie-Britannique, ISSN 0821-0640, en ligne : www.for.gov.bc.ca/hfd/pubs/docs/mr/mr074.pdf.

Ma, Y., Lombi, E., Nolan, A.L., et McLaughlin, M.J. 2006. « Short-term natural attenuation of copper in soils: Effects of time, temperature and soil characteristics », *Environmental Toxicology and Chemistry*, 25(3):652-658.

Mackenzie, W.H., et Moran, J.R. 2004. *Wetlands of British Columbia: A guide to identification. Land Management Handbook No. 52*. Direction de la recherche, ministère des Forêts de la Colombie-Britannique, Victoria (BC), cité dans UMA, 2008, *Risk-based salinity guidelines for peatlands – Phase 1: Literature review and gaps analysis*, préparé pour le Groupe de travail sur la salinité des tourbières, Association canadienne des producteurs de pétrole, Calgary (AB).

Marshall, I.B., et Schut, P.H. 1999. *Cadre écologique national pour le Canada. Aperçu*. Direction générale de la science des écosystèmes, Environnement Canada, et Direction générale de la recherche, Agriculture et Agroalimentaire Canada, en ligne : http://sis.agr.gc.ca/siscan/nsdb/ecostrat/intro.html.

Mason, B.J. 1992. *Preparation of soil sampling protocols: Sampling techniques and strategies*. EPA/600/R-92/128, Office of Research and Development, United States Environmental Protection Agency, Washington (DC).

Matheron, G. 1963. « Principles of geostatistics », *Economic Geology*, 58(8):1246-1266.

McArthur, R.D. 1987. « An evaluation of sample designs for estimating a locally concentrated pollutant », *Communications in Statistics – Simulation and Computation*, 16(3):735-759.

McIntyre, G.A. 1952. « A method for unbiased selective sampling », *Journal of Agricultural Research*, 3:385-390.

MEA (Ministère de l'Environnement de l'Alberta). 2001. *Salt contamination assessment and remediation guidelines*. Pub. n° T/606, Environmental Science Division, Environmental Service, Edmonton (AB).

_____. 2007a. *Alberta Tier 2 Soil and Groundwater Remediation Guidelines*. ISBN 978-0-7785-6308-2, en ligne : www.assembly.ab.ca/lao/library/egovdocs/2007/alen/161553.pdf.

_____. 2007b. *Tier 2 Eco-contact Guideline Derivation Protocol*. Version provisoire, ISBN 978-0-7785-6753-0, en ligne : http://environment.gov.ab.ca/info/library/7776.pdf.

_____. 2007c. *Alberta Tier 1 Soil and Groundwater Remediation Guidelines*. ISBN 978-0-7785-6306-8, en ligne : www.assembly.ab.ca/lao/library/egovdocs/2007/alen/161552.pdf.

_____. 2008. *Alberta Environmental Site Assessment Guidelines*. Version provisoire, ISBN 978-0-7785-7371-5, en ligne : www.blueridge.ca/pdf/AB/Alberta_Environmental_Site_Assessment_Guidelines_(Draft)_2008.pdf.

Mesman, M., Rutgers, M., et Jensen, J. 2006. « Using the triad in site-specific assessment of contaminated soil », dans Jensen, J., et Mesman, M. (dir.). *Ecological risk assessment of contaminated land: Decision support for site specific investigations*, rapport n° 711701047, RIVM, ISBN 978-90-6960-138-0.

METP-CB (Ministère de l'Environnement, des Terres et des Parcs de la Colombie-Britannique). 1995. *Technical guidance on contaminated sites: Statistical criteria for characterizing a volume of contaminated Material*.

Ministère de l'Environnement du Yukon. 2002. *Protocol for the Contaminated Sites Regulation under the Environment Act, Protocol No. 9: Determining background soil quality*. En ligne : www.env.gov.yk.ca/monitoringenvironment/documents/protocol_9_background_soil_quality_mar-11.pdf.

Monenco (Monenco Ontario Limited). 1981. *Evaluation of the potential of peat in Ontario. Occasional Paper No. 7*. Préparé pour le ministère des Richesses naturelles de l'Ontario, Énergie Ontario, le ministère des Affaires du Nord de l'Ontario et le ministère de l'Énergie de l'Ontario.

Mood, A.M., Graybill, F.A., et Boes, D.C. 1974. *Introduction to the theory of statistics*. 3e éd., McGraw Hill, Toronto (ON).

Moody, M. 2004. *Development of terrestrial plant test methods using boreal forest species*. Environment and Minerals Division, Saskatchewan Research Council, Saskatoon (SK), préparé pour la Division des méthodes biologiques, Centre de technologie environnementale, Environnement Canada, Ottawa (ON).

_____. 2006. *Further development of boreal forest plant toxicity test*. Environment and Minerals Division, Saskatchewan Research Council, Saskatoon (SK), préparé pour la Division des méthodes biologiques, Centre de technologie environnementale, Environnement Canada, Ottawa (ON).

Morgan, E., et Knacker, T. 1994. « The role of laboratory terrestrial model ecosystems in the testing of potentially harmful substances », *Ecotoxicology*, 3:213-233.

Moser, T., Römbke, J., Schallnaß, H.J., et Van Gestel, C.A. 2007. « The use of the multivariate Principal Response Curve (PRC) for community-level analysis: a case study on the effects of carbendazim on enchytraeids in Terrestrial Model Ecosystems (TME) », *Ecotoxicology*, 16:573-583.

Mueller, D.C., Bonner, J.S., McDonald, S.J., Autenrieth, R.L., Donnelly, K.C., Lee, K., Doe, K., et Anderson, J. 2003. « The use of toxicity bioassays to monitor the recovery of oiled wetland sediments », *Environmental Toxicology and Chemistry*, 22(9):1945-1955.

Neyman, J. 1934. « On the two different aspects of the representative method: The method of stratified sampling and the method of purposive selection », *Journal of the Royal Statistical Society*, 97:558-606.

Nikolakis, A., Scholz-Starke, B., Heimback, F., Leicher, T., Schaeffer, A., et Ross-Nickoll, M. 2007. *Terrestrial model ecosystems (TME): A higher-tier semi-field test system to study effects of contaminants on the soil mesofauna*. Présenté à la 28e réunion annuelle de la SETAC North America, 11-15 novembre 2007, Milwaukee (WI).

NJDEP (New Jersey Department of Environmental Protection). 2005. *Field Sampling Procedures Manual*.

Nöether, G.E. 1987. « Sample size determination for some common nonparametric tests », *Journal of the American Statistical Association*, 82(398):645-647.

OCDE (Organisation de coopération et de développement économiques). 2008. *Lignes directrices de l'OCDE pour les essais de produits chimiques. Essai de reproduction d'un acarien prédateur (*Hypoaspis (Geolaelaps) Aculeifer*)*. N° 226, Paris, France.

Olde Venterink, H., Davidson, T.E., Kiehl, K., et Lenardson, L. 2002. « Impact of drying and re-wetting on N, P and K dynamics in a wetland soil », *Plant and Soil*, 243:119-130.

Olea, R.A. 1984. « Sampling design optimization for spatial functions », *Journal of the International Association for Mathematical Geology*, 16:369-392.

Paetz, A., et Wilke, B.M. 2005. « Soil sampling and storage », dans Margesin, R., et Schinner, F. (dir.), *Manual for soil analysis – monitoring and assessing soil bioremediation*, Springer, Berlin, Allemagne.

Page-Dumroese, D., et Brown, R.F. 1999. « Comparison of methods for determining bulk densities of rocky forest soils », *Soil Science Society of America Journal*, 63:379-383.

Parent, L.E., et Caron, J. 1993. « Physical properties of organic soils », dans Carter, M.R. (dir.), *Soil Sampling and Methods of Analysis*. Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

Pascoe, G.A., Blanchet, R.J., et Linder, G. 1993. « Ecological risk assessment of a metals-contaminated wetland: reducing uncertainty », *The Science of the Total Environment (Supplement 1993)*:1715-1727.

Pennock, D., Yates, T., et Braidek, J. 2008. « Soil sampling designs », dans Carter, M.R., et Gregorich, E.G. (dir.), *Soil sampling and methods of analysis*, 2e éd., Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

Pitard, F.F. 1993. *Pierre Gy's sampling theory and sampling practice*, 2e éd., CRC Press, Boca Raton (FL).

Posthuma, L., Suter, G.W., et Traas, T.P. 2002. *Species sensitivity distributions in ecotoxicology*. CRC Press, Boca Raton (FL).

Prévost, D., et Antoun, H. 2008. « Root nodule bacteria and symbiotic nitrogen fixation », dans Carter, M.R., et Gregorich, E.G. (dir.), *Soil sampling and methods of analysis*, 2e éd., Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

Prietzel, J., Tyufekchieva, N., Eusterhues, K., Kogel-Knabner, I., Thieme, J., Paterson, D., McNulty, I., de Jonge, M., Eichert, D., et Salome, M. 2009. « Anoxic versus oxic sample pretreatment: Effects on the speciation of sulphur and iron in well-aerated and wetland soils as assessed by X-ray absorption near-edge spectroscopy (XANES) », *Geoderma*, 153:318-330.

Princz, J.I., Behan-Pelletier, V.M., Scroggins, R.P., et Siciliano, S.D. 2010. « Oribatid mites in soil toxicity testing – the use of *Oppia nitens* (C.L. Koch) as a new test species », *Environmental Toxicology and Chemistry*, 29(4):971-979.

Prodromou, K.P., et Pavlatou-Ve, A.S. 2006. « Changes in soil pH due to the storage of soils », *Soil Use and Management*, 14(3):182-183.

R Development Core Team. 2008. *R: A language and environment for statistical computing*. R Foundation for Statistical Computing, ISBN 3-900051-07-0, en ligne : www.R-project.org.

Rahn, J. 2008. *Measurement endpoints for soil microbial toxicity*. Document interne, Division des méthodes biologiques, Environnement Canada, Ottawa (ON).

Reinhardt, C.H., Cole, C.A., et Stover, L.R. 2000. « A method for coring inland, freshwater wetland soils », *Wetlands*, 20(2):422-426.

Renoux, A.Y., Tyagi, R.D., et Samson, R. 1999. « Effects of irradiation and freezing on toxicity of sewage sludge elutriate samples », *Water Quality Research Journal of Canada*, 34(4):589-597.

Ripley, B.D. 1981. *Spatial Statistics*. Wiley, New York (NY).

RNCan (Ressources naturelles Canada). 2009a. *L'Atlas du Canada – Matériaux superficiels*. En ligne : http://atlas.nrcan.gc.ca/site/francais/maps/environment/land/surficialmaterials/1/maptext_view.

_____. 2009b. *L'Atlas du Canada – Diversité des terres humides*. En ligne : http://atlas.nrcan.gc.ca/site/francais/maps/environment/ecology/components/wetlanddiversity.

Römbke, J., et Amorim, M. 2004. « Tackling the heterogeneity of soils in ecotoxicological testing: An EURO-Soil based approach », *Journal of Soils and Sediments*, 4:276-281.

Römbke, J., Heimbach, F., Hoy, S., Kula, C., Scott-Fordsmand, J., Sousa, J., Stephenson, G., et Weeks, J. 2003. *Effects of plant protection products on functional endpoints in soil*. Compte rendu d'un atelier, EPFES, Lisbonne, Portugal, 2002, Society of Environmental Toxicology and Chemistry, Pensacola (FL).

Römbke, J., Eisenträger, A., Hund-Rinke, K., Jänsch, S., Neumann-Hensel, H., et Schallnaß, H.J. 2006a. *Erprobung und Vorbereitung einer praktischen Nutzung ökotoxikologischer Testsysteme*. Gefördert vom BMBFT (PT Jülich), ERNTE, Sidus Verlag, ISBN 3-937451-10-2.

Römbke, J., Jänsch, S., et Scroggins, R. 2006b. « Identification of potential organisms of relevance to Canadian boreal forest and northern lands for testing of contaminated soils », *Environmental Reviews*, 14:137-167.

Sauvé, S. 1997. « Speciation of metals in soils », dans *Bioavailability of metals in terrestrial ecosystems: Importance of partitioning for bioavailability to invertebrates, microorganisms and plants*, SETAC, Pensacola (FL).

Schaeffer, A., Van den Brink, P., Heimbach, F., Hoy, S., De Jong, F., Römbke, J., Sousa, J.P., et Ross-Nickoll, M. 2008. « Semi-field methods are a useful tool for the environmental risk assessment of pesticides in soil », *Environmental Science and Pollution Research*, 15:176-177.

Schoeneberger, P.J., Wysocki, D.A., Benham, E.C., et Broderson, W.D. (dir.). 2002. *Field book for describing and sampling soils, Version 2.0*. Natural Resources Conservation Service, National Soil Survey Center, Lincoln (NE).

Sheppard, S.C., et Addison, J.A. 2008. « Soil sample handling and storage », dans Carter, M.R., et Gregorich, E.G. (dir.), *Soil sampling and methods of analysis*, 2e éd., Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

Sheppard, M.I., Tarnocai, C., et Thibault, D.H. 1993. « Sampling organic soils », dans Carter, M.R. (dir.), *Soil Sampling and Methods of Analysis*, Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

Sheremata, T.W., Raymond, N.Y., et Guiot, S.R. 1997. « Simulation and sterilization of a surrogate soil organic matter for the study of the fate of trichloroethylene in soil », *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 28(13&14):1177-1190.

Singer, D.A. 1972. « Elipgrid, a Fortran IV program for calculating the probability of success in locating elliptical targets with square, rectangular and hexagonal grids », *Geocomm Programs*, 4:1-16.

Slattery, W.J., et Burnett, V.P. 1992. « Changes in soil pH due to long term soil storage », *Australian Journal of Soil Research*, 30(2):169-175.

Société canadienne de géotechnique. 2006 (pour l'édition anglaise). *Manuel canadien d'ingénierie des fondations*. Bitech Publishers Ltd., Richmond (BC).

Sokal, R.R., et Rohlf, F.J. 1995. *Biometry*. 3e éd., W.H. Freeman & Co., New York (NY).

Soil Survey Division Staff. 1993. *Soil survey manual*. Handbook 18, Soil Conservation Service, U.S. Department of Agriculture.

Spurgeon, D.J., Svendson, C., Hankard, P.K., Toal, M., McLennan, D., Wright, J., Walker, L., Ainsworth, G., Wienberg, C., et Fishwick, S.K. 2004. *Application of sublethal ecotoxicological tests for measuring harm in terrestrial ecosystems*. Environment Agency Science Report P5-063/TR2, Environment Agency, Bristol, Royaume-Uni.

Spurgeon, D., Svendson, C., Hankard, P., Weeks, J., Kille, P., et Fishwick, S. 2002. *Review of sublethal ecotoxicological tests for measuring harm in terrestrial ecosystems*. Environment Agency Science Report P5-063/TR1, Environment Agency, Bristol, Royaume-Uni.

Stantec (Stantec Consulting Ltd.). 2004. *Framework foundation and guidance for Tier 2 site-specific development of soil contact standards for PHC-contaminated sites: Literature review*. Préparé pour la Petroleum Technology Alliance Canada, Calgary (AB), et l'Institut canadien des produits pétroliers, division de l'Ontario, North York (ON).

_____. 2005. *Ecotoxicity assessment of site soils from the Swan Hills area contaminated predominantly with F3*. Préparé pour Komex International Ltd., Calgary (AB).

_____. 2006. *Summary of chronic screening toxicity test results with reference soil and soils contaminated with petroleum hydrocarbon residuals*. Préparé pour la Petroleum Technology Alliance Canada, Calgary (AB).

_____. 2008. *Earthworm chronic testing Phase 2: Identifying effective soil conditioners and amendment levels in clay and sand reference soils for use in toxicity testing*. Préparé pour la Petroleum Technology Alliance Canada, Calgary (AB).

Steevens, J.A., Vansal, S.S., Kallies, K.W., Knight, S.S., Cooper, C.M., et Benson, W.H. 1998. « Toxicological evaluation of constructed wetland habitat sediments utilizing *Hyalella azteca* 10-day sediment toxicity test and bacterial bioluminescence », *Chemosphere*, 36(15):3167-3180.

Stephenson, G.L., Kuperman, R.K., Linder, G.L., et Visser, S. 2002. « Toxicity tests for assessing contaminated soils and ground water », dans Sunahara, G.L., Renoux, A.Y., Thellen, C., Gaudet, C.L., et Pilon, A. (dir.), *Environmental Analysis of Contaminated Sites*, John Wiley & Sons.

Stephenson, G., Feisthauer, N., Bessie, K., et Scroggins, R. 2008. *Terrestrial toxicity testing in support of site-specific risk assessments: An integrative tool for contaminated site management*. Compte rendu de l'atelier national sur les sites contaminés fédéraux, tenu à Vancouver (BC), du 28 avril au 2 mai 2008, sous l'égide de l'Institut des biens immobiliers du Canada Inc., en ligne : www.rpic-ibic.ca.

Strandberg, B., Axelson, J.A., Pedersen, M.B., Jensen, J., et Attrill, M.J. 2006. « Effect of a copper gradient on plant community structure », *Environmental Toxicology and Chemistry*, 25(3):743-753.

Swift, M.J., Heal, O.W., et Anderson, J.M. 1979. *Decomposition in terrestrial ecosystems*. Blackwell Scientific Publications, Oxford.

Tarnocai, C. 1993. « Sampling frozen soils », dans Carter, M.R. (dir.), *Soil Sampling and Methods of Analysis*, Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

_____. 2009. « Arctic permafrost », dans Margesin, R. (dir.), *Permafrost Soils, Soil Biology 6*, Springer-Verlag, Berlin, Allemagne.

Thomas, J.M., McKenzie, D.H., et Eberhardt, L.L. 1981. « Some limitations of biological monitoring », *Environment International*, 5:3-10.

Thomas, J.M., Skalski, J.R., Cline, J.F., et McShane, M.C. 1986. « Characterization of chemical waste site contamination and determination of its extent using bioassays », *Environmental Toxicology and Chemistry*, 5:487-501.

Thompson, S.K. 1992. *Sampling*. John Wiley & Sons, Toronto (ON).

Thompson, K.C., Wadhia, K., et Loibner, A.P. (dir.). 2005. *Environmental toxicity testing*. Blackwell Publishing, CRC Press, Boca Raton (FL).

Tiessen, H., et Moir, J.O. 1993. « Total and organic carbon. Chapter 21 », dans Carter, M.R. (dir.), *Soil Sampling and Methods of Analysis*, Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

Topp, E., Tien, Y.C., et Hartmann, A. 2008. « Bacterial community analyses by denaturing gradient gel electrophoresis », dans Carter, M.R., et Gregorich, E.G. (dir.), *Soil sampling and methods of analysis*, 2e éd., Société canadienne de la science du sol, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton (FL).

Trevors, J.T. 1996. « Sterilization and inhibition of microbial activity in soil », *Journal of Microbiological Methods*, 26:53-59.

UICPA (Union internationale de chimie pure et appliquée). 2005. « Terminology in soil sampling (IUPAC Recommendations 2005) », *Pure and Applied Chemistry*, 77(5):827-841.

UMA (UMA Engineering Ltd.). 2008. *Risk based salinity guidelines for peatlands – Phase 1: Literature review and gaps analysis*. Préparé pour le Groupe de travail sur la salinité des tourbières, Association canadienne des producteurs de pétrole, Calgary (AB).

Université de l'Alberta (Alberta Institute of Pedology). 1975. *Reconnaissance soil survey of the Sand River area*. 73L, Bulletin N. SS 15 de l'Université de l'Alberta, rapport n° S-74-34 de l'Alberta Institute of Pedology, compilé par S.S. Kocaoglu, Institut de recherches sur les sols, Agriculture Canada.

Université de la Saskatchewan. 2009. *Soils of Canada – Orders*. College of Agriculture and Bioresources, Department of Soil Science, en ligne : http://soilsofcanada.ca/orders/index.php.

USEPA (United States Environmental Protection Agency). 1986. *SW-846 Test methods for evaluating solid waste, physical/chemical methods. Chapter Nine: Sampling Plan*. En ligne : www.epa.gov/epawaste/hazard/testmethods/sw846/online/index.htm.

_____. 1993. *Guide for conducting treatability studies under CERCLA. Biodegradation remedy selection, interim guidance*. EPA/540/R-93/519a, Superfund Innovative Technology Evaluation, Office of Solid Waste and Emergency Response, United States Environmental Protection Agency, Washington (DC).

_____. 2002a. *Guidance on choosing a sampling design for environmental data collection for use in developing a quality assurance project plan*. EPA QA/G-5S, EPA/240/R-02/005, Office of Environmental Information, United States Environmental Protection Agency, Washington (DC).

_____. 2002b. *RCRA Waste Sampling Draft Technical Guidance – Planning, Implementation and Assessment*. EPA530-D-02-002, Office of Solid Waste, United States Environmental Protection Agency, Washington (DC).

_____. 2002c. *Methods for the determination of total organic carbon (TOC) in soils and sediments*. NCEA-C-1282, Brian A. Schumacher, Ecological Risk Assessment Support Center, Environmental Sciences Division, National Exposure Research Laboratory, United States Environmental Protection Agency.

_____. 2006. *Sample collection procedures for radiochemical analytes in environmental matrices.* EPA/600/S-07/001, Office of Research and Development, National Homeland Security Research Center, United States Environmental Protection Agency, Cincinnati (OH).

_____. 2007. *Framework for metals risk assessment.* EPA/120/R-07/001, Office of Research and Development, National Center for Environmental Assessment, United States Environmental Protection Agency, Washington (DC).

US Navy, 2009. *Navy environmental compliance sampling and field testing procedures manual.* NAVSEA T0300-AZ-PRO-010.

Valliant, R., Dorman, A.H., et Royall, R.M. 2000. *Finite population sampling and inference – A prediction approach.* John Wiley & Sons, Toronto (ON).

Vischetti, C., Corti, G., Monaci, E., Cocco, S., Coppola, L., et Agnelli, A. 2010. « Pesticide adsorption and degradation in fine earth and rock fragments of two soils of different origin », *Geoderma*, 154(2010):348-352.

Walmsley, M., Utzig, G., Vold, T., Moon, D., et van Barneveld, J. 1980. *Describing ecosystems in the field. RAB Technical Paper 2. Land Management Report No. 7.* Ministère de l'Environnement, des Terres et des Parcs et Ministère des Forêts de la Colombie-Britannique, ISSN 0702-9861, en ligne : www.for.gov.bc.ca/hfd/pubs/Docs/Mr/Lmr/Lmr007.pdf.

Warren-Hicks, W., Parkhurst, B.R., et Baker, Jr., S.S. 1989. *Ecological assessment of hazardous waste sites.* EPA 600/3-89/013, Environmental Research Laboratory, United States Environmental Protection Agency, Corvallis (OR).

Weeks, J.M., Sorokin, N., Johnson, I.J., Whitehouse, P., Ashton, D., Spurgeon, D., Hankard, P., Svendson, C., et Hart, A. 2004. *Biological test methods for assessing contaminated land: Stage 2 – a demonstration of the use of a framework for the ecological risk assessment of contaminated land.* Environment Agency Science Report P5-069/TR1, Environment Agency, Bristol, Royaume-Uni.

Weider, R.K., et Lang, G.E. 1986. « Fe, Al, Mn and S chemistry of Sphagnum peat in four peat lands with different metal and sulphur input », *Water, Air and Soil Pollution*, 29:309-320.

Weinfurtner, K., et Kördel, W. 2007. *Umweltprobenbank des Bundes. Guidelines for sampling and sample processing. Soil. Guidelines for sampling, transport, storage and chemical characterization of environmental and human-organ samples.* Version provisoire, Umweltbundesamt, Allemagne.

Wendling, L.A., Kirby, J.K., et McLaughlin, M.J. 2009. « Aging effects on cobalt availability in soils », *Environmental Toxicology and Chemistry*, 28(8):1609-1617.

Weyers, A., Sokull-Klüttegn, B., Knacker, T., Martin, S., et Van Gestel, C.A. 2004. « Use of Terrestrial Model Ecosystem data in environmental risk assessment for industrial chemicals, biocides and plant protection products in the EU », *Ecotoxicology*, 13:163-176.

Wiles, J.A., et Krogh, P.H. 1998. « Tests with the collembolans *Isotoma viridis*, *Folsomia candida*, and *Folsomia fimetaria* », dans Løkke, H., et Van Gestel, C.A. (dir.), *Handbook of Soil Invertebrate Toxicity Tests*, John Wiley & Sons, Londres, Royaume-Uni.

Yfantis, E.A., Flatman, G.T., et Behar, J.V. 1987. « Efficiency of kriging estimation for square, triangular, and hexagonal grids », *Mathematical Geology*, 19:183-205.

Zagury, G.J., Dudal, Y., Bureau, J., Bastien, C., et Chassé, R. 2002. « Sample handling and preparation for estimation of mobility, bioavailability and toxicity of contaminants in soils », dans Sunahara, G.I., Renoux, A.Y., Thellen, C., Gaudet, C.L., et Pilon, A. (dir.), *Environmental analysis of contaminated sites*, Ecological and Environmental Toxicology Series, John Wiley & Sons, Ltd., West Sussex.

Zar, J.H. 1999. *Biostatistical analysis.* 4e éd., Prentice-Hall, Toronto (ON).

Zirschky, J., et Gilbert, R.O. 1984. « Detecting hot spots at hazardous waste sites », *Chemical Engineering*, 91:97-100.

Zoltai, S.C. 1978. « A portable sampler for perennially frozen stone-free soils », *Canadian Journal of Soil Science*, 58:521-523.

Zoltai, S.C., et Vitt, D.H. 1995. « Canadian wetlands: Environmental gradients and classification », *Plant Ecology*, 118:131-137.

Annexe A

Études de cas sur l'application des essais biologiques

La section 2 porte sur les essais biologiques recommandés pour évaluer la toxicité de lieux contaminés et décrit brièvement chaque type d'essai. La présente annexe renferme quatre exemples de l'emploi d'essais biologiques aux fins d'une telle évaluation. Les trois premiers ont pour cadre le Canada, et le quatrième, l'Allemagne.

A.1 Étude de cas n° 1 – Essais biologiques de toxicité utilisés comme outil d'évaluation du risque connexe à un site biotraité après avoir été contaminé par des hydrocarbures pétroliers

On a procédé à une évaluation quantitative préliminaire du risque associé au sol superficiel biotraité d'une ancienne installation de traitement des sols. D'après la caractérisation du sol superficiel, la teneur en baryum, la salinité et la teneur en hydrocarbures pétroliers (HCP) C_{16}-C_{34} (fraction F3, CCME) étaient supérieures aux valeurs de référence acceptables. On avait donc besoin de données écotoxicologiques pour établir des objectifs d'assainissement en fonction du risque et pour déterminer le risque que représentait, pour les récepteurs écologiques, l'exposition aux HCP par contact avec le sol. On s'est servi de l'approche utilisant le poids de la preuve pour caractériser le risque. On a procédé à des essais toxicologiques sur des échantillons de sol représentatifs du site afin d'évaluer l'effet d'un contact direct sur les organismes, et ces essais ont constitué un des cinq éléments de preuve de cette approche. On a intégré les résultats des essais et les autres éléments de preuve [calcul des critères de qualité du sol pour le baryum – voie d'exposition par ingestion pour les humains; résultats d'un essai sur le baryum extractible au DTPA (acide diéthylènetriamine pentacétique); estimation des valeurs des concentrations seuils avec effet sur la végétation (réduction de la croissance)] afin de caractériser le risque d'effets indésirables sur les récepteurs jugés préoccupants. Une analyse d'incertitude a aussi permis d'évaluer le degré de confiance dans la caractérisation du risque et de déterminer si une évaluation quantitative détaillée du risque était nécessaire.

Les essais toxicologiques ont été exécutés conformément aux méthodes d'essai biologique qu'Environnement Canada était en train de mettre au point à ce moment-là. Ils comprenaient des essais de toxicité aiguë (7-14 jours) et chronique (14-21 jours) avec l'orge (*Hordeum vulgare* var. Chapais), l'agropyre du Nord (*Elymus lanceolatus*) et le trèfle violet (*Trifolium pratense*), de même qu'un essai de toxicité aiguë (14 jours) et deux essais sur la reproduction (56 et 63 jours) avec le ver de terre *Eisenia andrei*. Pour évaluer la toxicité, on a comparé la performance des espèces expérimentales dans le sol biotraité et dans un sol témoin (non contaminé) prélevé sur le site et dont les caractéristiques physiques et chimiques étaient semblables à celles du sol biotraité. Aux fins des procédures d'AQ/CQ, un *sol artificiel* et un sol de référence générique constitué de loam argileux ont été inclus dans tous les essais, sauf celui de 56 jours avec *E. andrei*.

On n'a observé aucun effet indésirable aigu (14 jours) ou chronique (28 ou 35 jours) sur la survie des vers de terre, ni aucun effet indésirable sur la reproduction des vers de terre (nombre de descendants, nombre de cocons éclos et non éclos, masse sèche et masse humide des descendants) exposés au sol biotraité (figure A.1). La levée des plantules n'a pas été touchée après une exposition à court terme des trois espèces végétales. Une exposition plus longue (chronique) au sol biotraité n'a eu aucun effet sur la levée des plantules du trèfle violet et de l'agropyre du Nord, mais cette levée a été réduite de 16 % dans le cas de l'orge. L'exposition aiguë ou chronique du trèfle violet et de l'agropyre du Nord au sol biotraité n'a eu aucun effet sur la croissance des plantules (longueur des pousses et des racines, masse sèche et masse humide) par rapport à ce qu'on a observé pour le sol témoin prélevé sur le site. Par contre, pour l'orge, l'exposition aiguë (7 jours) et l'exposition chronique (14 jours) au sol biotraité ont influé sur certains paramètres de croissance (figure A.2). Les effets indésirables sur la levée et la croissance de l'orge n'étaient pas les mêmes dans les essais de toxicité aiguë et chronique et variaient d'un paramètre à l'autre.

L'évaluation de l'écotoxicité a donné 58 paramètres de toxicité (6 pour la survie et 10 pour la reproduction des vers de terre; 6 pour la levée des plantules et 36 pour la croissance des plantes). Après les analyses statistiques et l'évaluation de l'incertitude des données, on a conclu que l'exposition aiguë ou prolongée au sol biotraité n'avait aucun effet indésirable observable sur la survie, la croissance et la reproduction des vers de terre. Aucune toxicité n'a été associée à une exposition aiguë ou prolongée du trèfle violet et de l'agropyre du Nord au sol biotraité,

contrairement à ce qu'on a observé quant à la levée et à la croissance de l'orge. Les résultats obtenus pour l'orge montrent que le sol biotraité n'offrait pas des conditions optimales de croissance; toutefois, la variation des paramètres porte à croire que les caractéristiques physicochimiques du sol ont influé sur ces résultats.

Une fois intégrés les résultats de l'évaluation de la toxicité et d'autres éléments de preuve (données tirées d'ouvrages scientifiques, données d'essais sur le lixiviat du sol, concentrations mesurées des contaminants totaux et disponibles, dérivation d'un objectif de qualité du sol du site pour la protection de la santé humaine – baryum), on a constaté que, si l'exposition par contact direct avec le sol superficiel biotraité était le facteur le plus susceptible d'avoir des effets indésirables, le degré de confiance était suffisamment élevé pour conclure que le sol n'était pas toxique pour les récepteurs écologiques et que, par conséquent, il présentait un risque négligeable pour des récepteurs écologiques potentiels. Les données de ces essais d'écotoxicité de niveau 2 adaptés au site, ainsi que la prise en considération de renseignements supplémentaires, ont étayé la fermeture réglementaire du site[35].

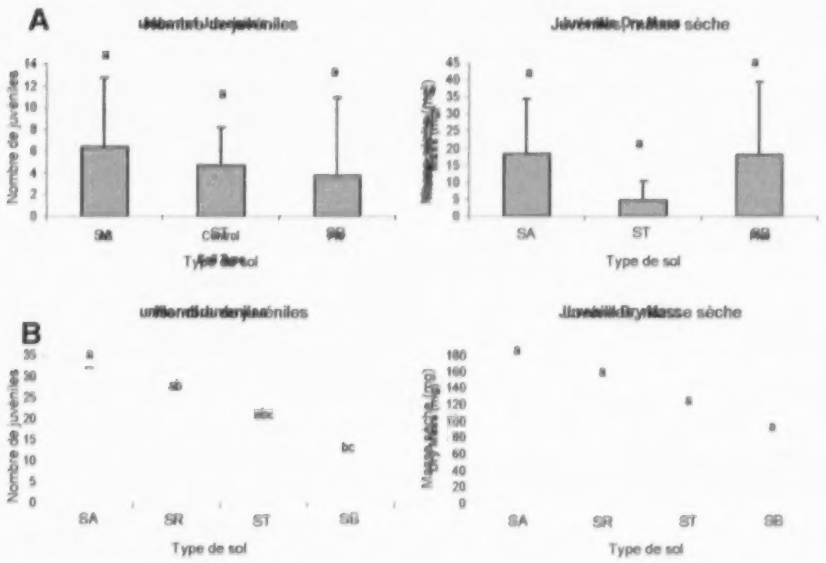


Figure A.1 Production de descendants et masse sèche des vers de terre exposés pendant 56 jours (A) ou 62 jours (B) à deux ou trois sols témoins négatifs (SA – sol artificiel; SR – sol de référence du laboratoire; ST – sol témoin prélevé sur le site) et au sol superficiel biotraité (SB). Les colonnes et les barres représentent les valeurs moyennes et les écarts types, respectivement; les colonnes portant les mêmes lettres ne présentent aucun écart significatif à $P > 0,05$.

[35] On trouvera dans Stephenson et coll. (2008) de plus amples détails sur cette étude.

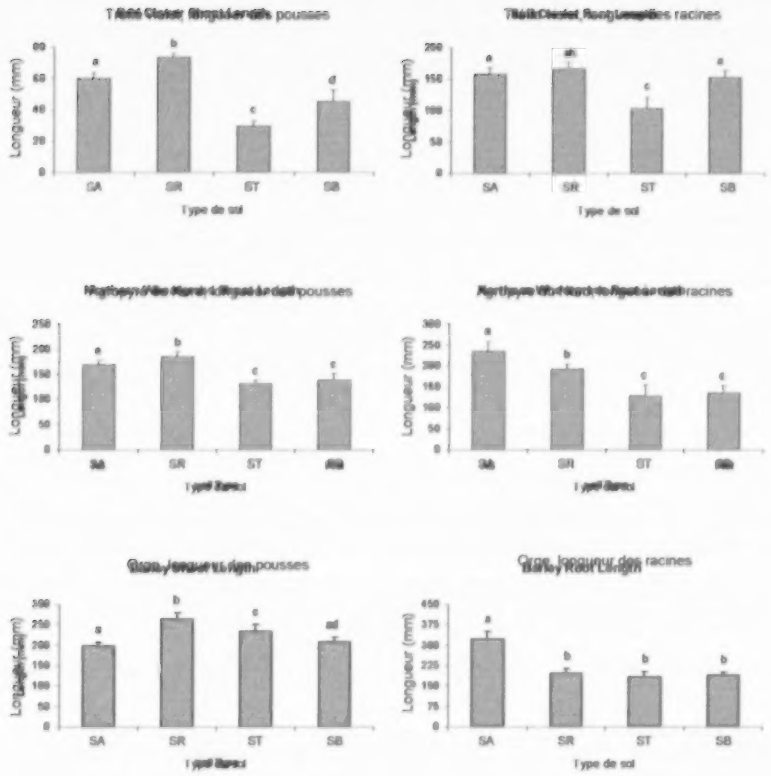


Figure A.2 Longueur des pousses et des racines du trèfle violet, de l'agropyre du Nord et de l'orge exposés pendant 21 jours, 21 jours et 14 jours, respectivement, à trois sols témoins négatifs (SA – sol artificiel; SR – sol de référence du laboratoire; ST – sol témoin prélevé sur le site) et au sol superficiel biotraité (SB). Les colonnes et les barres représentent les valeurs moyennes et les écarts types, respectivement; les colonnes portant les mêmes lettres ne présentent aucun écart significatif à $P > 0,05$.

A.2 Étude de cas n° 2 – Objectifs d'assainissement propres à un site, établis au moyen d'essais biologiques sur un sol contaminé par des métaux

On a procédé à des essais écotoxicologiques avec des espèces terrestres dans le cadre d'une évaluation du risque écologique d'un sol dont la contamination par un mélange de métaux et de non-métaux est attribuable aux activités de transport connexes à l'exploitation historique d'une fonderie. Les données sur l'écotoxicité du site ont été tirées d'une batterie d'essais comportant des essais de toxicité chronique (14-21 jours) avec des plantes [orge, ivraie vivace (*Lolium perenne*), trèfle violet, fétuque rouge (*Festuca rubra*)] et des essais sur la reproduction (35-63 jours) du ver de terre *E. andrei* et du collembole *Orthonychiurus folsomi*, exécutés conformément aux méthodes d'essai d'Environnement Canada (EC, 2004a, 2005a, 2007a). La contamination étant en grande partie limitée aux premiers centimètres de la surface du sol, seuls des échantillons du sol superficiel ont été soumis aux essais (horizons F et H, et portion supérieure de l'horizon A). Du fait que la contamination par les métaux était associée à la couche organique superficielle, le chaume et les racines qui ont été enlevés, le cas échéant, par tamisage (tamis à mailles de 6 mm de diamètre) au cours de la préparation des échantillons aux fins des essais ont été broyés et incorporés dans les échantillons de sol d'essai.

L'essai toxicologique n'avait pas pour objet de mesurer la toxicité moyenne associée au site, mais bien d'établir la relation entre les concentrations de contaminants, le mélange de contaminants et les caractéristiques physicochimiques du sol, étant donné que ces trois facteurs, qui variaient grandement d'un microsite à l'autre, pouvaient influer sur la toxicité. En raison de l'étendue et de l'hétérogénéité du site, il n'était pas rentable de soumettre à des essais de nombreux réplicats du sol de chaque strate. On a plutôt eu recours à un plan d'échantillonnage et d'essais basé sur la régression et prévoyant le prélèvement d'un échantillon de sol par microsite d'intérêt. De nombreux échantillons de sol ont été prélevés et chacun a été mis à l'essai en tant que réplicat de laboratoire, à raison d'une espèce expérimentale par réplicat. Au moment de l'étude, le mode opératoire normalisé consistait à exposer des spécimens d'une même espèce à des sous-échantillons multiples de chaque échantillon de sol prélevé sur le terrain.

Étant donné que les échantillons représentaient des gradients de concentration des contaminants (mélanges de contaminants), des modèles de régression multiples ont pu être établis pour la plupart des paramètres de toxicité et pour chacune des six espèces expérimentales. Ces modèles ont été conçus de façon à permettre de prédire les concentrations de contaminants qui auraient un pourcentage d'effet (défini par l'utilisateur) sur la performance des espèces expérimentales exposées au sol contaminé par rapport à celles exposées à un sol témoin (non contaminé) semblable (p. ex., baisse comparative de 25 % de la performance). C'est l'organisme réglementant la gestion du lieu contaminé qui a établi le pourcentage acceptable d'effet de seuil. Étant donné que les caractéristiques du sol (p. ex., pH, texture, fertilité, capacité d'échange cationique) variaient dans l'espace et qu'elles pouvaient influer sur les résultats des essais toxicologiques, on a incorporé, dans la modélisation des données toxicologiques, l'influence possible de ces caractéristiques et d'autres encore (les caractéristiques du sol ont été traitées comme des variables distinctes). Les modèles de régression ajustés en fonction des caractéristiques du sol, de même que le pourcentage d'effet de seuil établi par l'organisme de réglementation, ont été utilisés comme outils de prévision pour établir les objectifs d'assainissement du site en vue de protéger les récepteurs écologiques.

A.3 Étude de cas n° 3 – Utilisation d'essais écotoxicologiques pour étayer la fermeture réglementaire d'un lieu contaminé par des hydrocarbures pétroliers

Le ministère de l'Environnement de l'Alberta a publié récemment des lignes directrices (niveaux 1 et 2) sur l'assainissement des sols et des eaux souterraines (MEA, 2007a, 2007c). Les lignes directrices de niveau 1 applicables aux sols contaminés par des HCP sont peut-être trop prudentes dans le cas de sites où la biodisponibilité et/ou la toxicité de ces substances pour la pédofaune ont été réduites en raison d'un degré très élevé de météorisation ou de vieillissement. Lorsqu'on évalue le risque d'un lieu donné, on peut établir des objectifs de niveau 2 en regard de voies d'exposition directe (contact écologique avec le sol) à des HCP (MEA, 2007a). On trouvera dans MEA (2007b) des indications sur l'utilisation à cette fin de données écotoxicologiques. Pour obtenir la fermeture réglementaire d'un site, les proposants doivent soumettre des échantillons de sol de ce site à un programme d'évaluation écotoxicologique réussite/échec de niveau 2. Si le sol est jugé non toxique pour le nombre minimal (précisé) d'espèces expérimentales incluses dans une batterie d'essais (cote « réussite » attribuée au sol) conformément aux critères inclus dans le protocole, la fermeture réglementaire du site peut être obtenue.

Dans la présente étude de cas, les données écotoxicologiques portant sur un sol contaminé par des HCP météorisés ont été analysées en regard des critères réussite/échec de niveau 2. Ce sol avait subi un biotraitement, mais les concentrations résiduelles de la fraction F3 (CCME) des HCP étaient toujours supérieures aux valeurs du niveau 1. On a demandé la fermeture réglementaire de ce site afin qu'il puisse servir comme aire naturelle, à des fins agricoles ou en tant que terrain résidentiel/forêt-parc, notamment à partir des critères d'évaluation réussite/échec de niveau 2. Pour que le site puisse servir à l'une ou l'autre de ces trois fins (cote réussite de niveau 2), il devait satisfaire aux critères suivants :

- les écarts statistiquement significatifs relevés, le cas échéant, entre le sol de référence et le sol contaminé doivent être de ≤25 % pour ≥75 % des paramètres;

- la mortalité des organismes expérimentaux ne doit pas être plus élevée dans le sol contaminé que dans le sol de référence;

- la reproduction des invertébrés dans le sol contaminé ne doit pas être de <50 % de celle observée dans le sol de référence;

- un paramètre au plus par espèce expérimentale peut présenter un écart de >25 % entre le sol contaminé et le sol de référence;

- la puissance du schéma expérimental doit permettre de détecter un écart de ≥25 % entre les traitements.

On a prélevé aux fins des essais des échantillons composites de sol contaminé et de sol de référence. Mise à part leur homogénéisation au laboratoire, les échantillons n'ont fait l'objet d'aucun conditionnement. On a comparé la performance des espèces expérimentales exposées au sol contaminé et au sol de référence prélevé sur le terrain – ce sol témoin présentait des caractéristiques physiques et chimiques semblables à celles du sol contaminé, mais il était exempt de contaminants. On s'est conformé aux exigences minimales établies pour la batterie d'essais, lesquelles incluaient des essais de toxicité chronique (21 jours) avec la luzerne (*Medicago sativa*) et l'agropyre du Nord, et des essais de reproduction du ver de terre *E. andrei* (63 jours) et le collembole *Folsomia candida* (28 jours), et on a utilisé les méthodes normalisées d'Environnement Canada (EC, 2004a, 2005a, 2007a) qui étaient prescrites.

Le tableau A.1 présente, pour toutes les espèces expérimentales, les pourcentages d'écart entre les paramètres mesurés dans le sol contaminé et le sol de référence; les écarts statistiquement significatifs y sont aussi indiqués.

La puissance du schéma expérimental a permis de détecter un écart de ≥25 % entre les traitements. Dans le sol contaminé, seulement 3 des 16 paramètres présentaient des valeurs statistiquement inférieures à celles mesurées dans le sol de référence. L'écart était de >25 % pour 2 de ces 3 paramètres (masse sèche des racines de l'agropyre du Nord et nombre de descendants des vers de terre). Dans le sol contaminé, la reproduction des vers de terre correspondait à <50 % (42 %) de celle mesurée dans le sol de référence, ce qui contrevient au critère réussite de niveau 2.

Sur le plan de la reproduction, les vers de terre, en particulier *Eisenia* sp., sont très sensibles à la TMO du sol, et la teneur seuil optimale à cet égard est généralement de 3-4 % (Jänsch et coll., 2005). Dans le sol contaminé, la TMO était de >2,5 fois moins élevée que dans le sol de référence et était inférieure à la valeur seuil de 3-4 %. En conséquence, le taux de reproduction inférieur dans le sol contaminé était sans doute attribuable à deux facteurs combinés : la présence de HCP et une TMO moins élevée que dans le sol de référence.

D'après les critères de niveau 2 du protocole (MEA, 2007b), les résultats de cette évaluation écotoxicologique entraîneraient l'attribution de la cote échec pour toutes les utilisations du site du fait que la reproduction des vers de terre était réduite de 58 % dans le sol contaminé par rapport au sol de référence. Toutefois, la TMO peu élevée du sol contaminé a sans doute eu une incidence néfaste sur la reproduction, que ce soit indépendamment des effets des HCP ou en combinaison avec ceux-ci. Par conséquent, les données de ces essais d'écotoxicité de niveau 2 adaptés au site, ainsi que la prise en considération de renseignements supplémentaires, ont étayé la fermeture réglementaire du site.

Tableau A.1 Résultats des essais toxicologiques de l'étude de cas n° 3, exprimés sous forme de pourcentage d'écart par rapport au sol de référence, pour chaque espèce expérimentale et chaque paramètre

Espèce expérimentale et paramètre de mesure	Pourcentage d'écart par rapport au sol de référence
	Sol contaminé par des HCP
Luzerne	
Levée des plantules	-5
Longueur des pousses	**-10***
Longueur des racines	16
Masse sèche des pousses	-8
Masse sèche des racines	11
Agropyre du Nord	
Levée des plantules	0
Longueur des pousses	-4
Longueur des racines	**24**
Masse sèche des pousses	2
Masse sèche des racines	**41**
Eisenia andrei	
Survie des adultes, 35 jours	10
Nombre de juvéniles	**58**
Masse humide des juvéniles	17
Masse sèche des juvéniles	17
Folsomia candida	
Survie des adultes, 28 jours	-25
Nombre de juvéniles	-66
Nombre de paramètres	16
Nombre de paramètres auxquels des effets indésirables sont associés**	2

* Les valeurs en caractère gras présentent un écart significatif par rapport à celles obtenues pour le sol de référence. Les valeurs négatives indiquent des résultats supérieurs à ceux obtenus pour le sol de référence.
** D'après les critères réussite/échec de niveau 2.

A.4 Étude de cas n° 4 – Utilisation d'essais toxicologiques dans la gestion de lieux contaminés en Allemagne

Aux termes de la loi allemande sur la protection des sols fédéraux et de l'ordonnance complémentaire connexe, les sols contaminés doivent être évalués en regard de leur capacité de fournir un habitat convenable (p. ex., non toxique) aux organismes endogés (critère « fonction d'habitat ») et d'empêcher le lessivage des contaminants du sol dans l'eau souterraine (critère « fonction de rétention »). Même si ces objectifs de protection des sols et de l'eau souterraine sont prévus par la loi depuis 1999, il n'existe toujours pas de lignes directrices claires sur la façon de satisfaire à ces objectifs, à l'exception de quelques critères chimiques applicables à des polluants choisis. Un projet coopératif réunissant des laboratoires de recherche gouvernementaux, universitaires et privés a été mis sur pied en 2002 par le gouvernement fédéral allemand en vue de l'établissement d'un cadre pratique, largement applicable et scientifiquement défendable qui permettrait de satisfaire aux objectifs de la loi (Römbke et coll., 2006a).

Le cadre comportait l'application d'une batterie d'essais toxicologiques à des lieux contaminés. Les essais, adaptés à chaque site, faisaient appel à des espèces terrestres et aquatiques. Il s'agissait d'évaluer la qualité des sols contaminés en tant qu'habitat au moyen de quatre tests préalables de courte durée (6 h à 5 jours) exécutés sur le terrain, de même que de trois essais de toxicité chronique menés dans un laboratoire hors site en vue de mesurer des paramètres sensibles, comme la croissance et la reproduction. Tous les essais pouvaient être exécutés avant ou pendant l'assainissement d'un lieu contaminé. Les tests menés sur le terrain incluaient : deux tests de fonctionnalité avec des micro-organismes indigènes [respiration microbienne (ISO, 2002c) et nitrification microbienne (ISO, 2004b)]; un test bactérien (*Arthrobacter globiformis*) sur la toxicité du sol par contact (ISO, 2008b); un test accéléré (24 h) sur le comportement d'évitement d'un ver de terre (*E. andrei*) (ISO, 2008a). Les trois essais exécutés en laboratoire incluaient un essai de 56 jours sur la reproduction du ver de terre *E. andrei* (ISO, 1998), un essai de 28 jours sur la reproduction du collembole *F. candida* (ISO, 1999) et un essai de 35 jours sur le cycle biologique de la plante terrestre *Brassica rapa* CrGC (ISO, 2005f).

Pour déterminer si le lessivage du sol contaminait l'eau souterraine, on a évalué la toxicité d'élutriats du sol pour des organismes aquatiques. Les essais ont été limités à trois tests préalables rapides (6-72 h) sur le terrain : inhibition de la luminescence d'une bactérie (*Vibrio fischeri*) (ISO, 2007b); génotoxicité de l'eau avec *Salmonella choleraesuis* spp. *choleraesuis* à l'aide de l'essai umu (ISO, 2000); inhibition de la croissance d'une algue (*Desmodesmus subspicatus*) (ISO, 2004c). Ces trois tests préalables ne sont pas inclus dans le tableau 2 de la section 2 parce qu'ils portent sur des élutriats du sol et non sur un sol entier et que, de ce fait, ils dépassent la portée du présent document. Ils sont mentionnés ici afin de donner une description plus complète du projet.

Le cadre a été validé au cours de l'évaluation de deux lieux contaminés de la ville de Hambourg, en Allemagne. Celui de Grasbrook est le site d'une ancienne usine à gaz dont le sol est contaminé par des concentrations élevées (≤4600 mg/kg) d'hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP). L'autre, celui de Schlachthofstrasse, est une ancienne décharge industrielle contaminée par des métaux lourds et des HAP.

Au site de Grasbrook, le sol excavé a été mis en tas à proximité, et ce, d'après les concentrations de HAP, qui allaient de 10 à 1100 mg par kilogramme de sol. Le cadre a été appliqué aux échantillons prélevés dans les tas. À partir des résultats des essais et de données toxicologiques et chimiques, ils ont été classés selon qu'ils étaient susceptibles de présenter un risque faible, indéterminé (exigeant un examen au cas par cas) ou élevé pour la pédofaune. Douze échantillons ont été mis à l'essai. On a confirmé la toxicité directe du sol de 4 des 5 échantillons dont on considérait qu'ils présentaient un risque élevé d'après les données chimiques, et 3 des 6 échantillons présumés avoir une faible incidence étaient toxiques d'après les données chimiques. Un seul échantillon présentait un risque « indéterminé » d'après les données chimiques, alors que 5 échantillons présentaient un tel risque d'après les données toxicologiques. La concordance était relativement faible (33 %) entre les données chimiques et les données toxicologiques. Ces résultats font ressortir l'importance d'évaluer des lieux contaminés à partir d'au moins deux éléments de preuve (données toxicologiques et données chimiques) d'après l'approche utilisant le poids de la preuve afin de prévenir la prise de décisions de gestion erronées et/ou pour prendre de telles décisions avec un degré de confiance plus élevé.

Par contre, au site de Schlachthofstrasse, la concordance entre les données chimiques et les données toxicologiques atteignait 75 % dans le cas des 4 échantillons évalués. On a considéré que le sol présentait un risque élevé d'après 3 d'entre eux et un risque « indéterminé » d'après le quatrième.

À partir des résultats obtenus pour les deux sites, il semble que les conclusions tirées des données chimiques quant au risque élevé étaient plus prédictives de la toxicité que celles selon lesquelles le risque était indéterminé ou faible. Les deux évaluations montrent que le cadre proposé constitue une approche sensible et d'application facile. Le cadre d'essais toxicologiques adaptés aux sites a permis des économies de coûts en réduisant le volume de matière dangereuse à éliminer et en permettant d'autres utilisations des sols peu contaminés.

Ressources en classification écologique

B.1 Systèmes nationaux de classification écologique des terres

Le *Cadre écologique national pour le Canada* décrit le système de classification écologique des terres et définit les écozones et les écorégions du Canada. La référence complète est la suivante :

- Marshall, I.B., et Schut, P.H. 1999. *Cadre écologique national pour le Canada. Aperçu*. Direction générale de la science des écosystèmes, Environnement Canada, et Direction générale de la recherche, Agriculture et Agroalimentaire Canada, en ligne : http://sis.agr.gc.ca/siscan/nsdb/ecostrat/intro.html.

Le Service canadien des forêts (Ressources naturelles Canada) est en train d'établir une classification canadienne des écosystèmes forestiers. Le projet a pour objectif de corréler les classifications provinciales et territoriales en un système national commun. La classification des écosystèmes forestiers correspondra à la Classification internationale des communautés écologiques du Canada et des États-Unis.

- Chef d'étude : Ken Baldwin, écologiste forestier (Centre de foresterie des Grands Lacs, Service canadien des forêts, Ressources naturelles Canada; Ken.Baldwin@NRCan-RNCan.gc.ca; 705-541-5642).

B.2 Systèmes régionaux de classification écologique des terres

Des systèmes régionaux ont été mis au point ou sont en train de l'être, essentiellement par les provinces et les territoires. Selon la compétence, ils peuvent être fondés sur les régions forestières, sur la gestion des ressources naturelles ou sur l'aménagement du territoire/planification de la conservation des terres, ou encore prendre la forme de guides de terrain ou de programmes de surveillance de la biodiversité. Le tableau B.1 présente les systèmes régionaux canadiens de classification des terres.

Tableau B.1 Systèmes régionaux de classification écologique des terres

Province ou territoire	Type	Système et références
Colombie-Britannique	Système fondé sur les régions forestières	Ministère des Forêts et Ministère de l'Environnement, des Terres et des Parcs de la Colombie-Britannique. 1998. *Field Manual for Describing Terrestrial Ecosystems*. 3e éd., Land Management Handbook Number 25, ISSN 0229-1622, en ligne : www.for.gov.bc.ca/hfd/pubs/docs/lmh/Lmh25.htm. Les deux premières éditions sont également utilisées (seule la première renferme des aide-mémoire sur la classification) : • 2e éd. : Luttmerding, H.A., Demarchi, D.A., Lea, E.C., Meidinger, D.V., et Vold, T. 1990. Describing ecosystems in the field. MOE Manual 11. Ministère de l'Environnement, des Terres et des Parcs et Ministère des Forêts de la Colombie-Britannique, ISSN 0821-0640, en ligne : www.for.gov.bc.ca/hfd/pubs/docs/mr/mr074.pdf.

Province ou territoire	Type	Système et références
		• 1re éd. : Walmsley, M., Utzig, G., Vold, T., Moon, D., et van Barneveld, J. 1980. *Describing ecosystems in the field*. RAB Technical Paper 2, Land Management Report No. 7, Ministère de l'Environnement, des Terres et des Parcs et Ministère des Forêts de la Colombie-Britannique, ISSN 0702-9861, en ligne : www.for.gov.bc.ca/hfd/pubs/Docs/Mr/Lmr/Lmr007.pdf Province de la Colombie-Britannique. 2007. *Biogeoclimatic ecosystem classification program*. Direction de la recherche, Service des forêts de la Colombie-Britannique, en ligne : www.for.gov.bc.ca/hre/becweb/resources/classificationreports/index.html.
	Gestion des ressources naturelles	Demarchi, D.A. 1996. An introduction to the ecoregions of British Columbia. Ministère de l'Environnement, des Terres et des Parcs de la Colombie-Britannique, Victoria (BC), en ligne : www.env.gov.bc.ca/ecology/ecoregions/intro.html.
Yukon	Guide de terrain	Smith, C.A.S., Meikle, J.C., et Roots, C.F. (dir.). 2004. *Ecoregions of the Yukon landscapes*. Agriculture et Agroalimentaire Canada, bulletin technique n° 04-01 du Centre de recherches agroalimentaires du Pacifique, Summerland (BC).
	Aménagement du territoire/ planification de la conservation des terres	Meikle, J., et Waterreus, M. 2008. *Ecosystems of the Peel watershed: A predictive approach to regional ecosystem mapping*. Direction du poisson et de la faune du Yukon, rapport TR-08-01, en ligne: www.environmentyukon.gov.yk.ca/mapspublications/documents/peel_watershed_000.pdf.
Alberta	Surveillance de la biodiversité	Alberta Research Council. 2008. *Integrated landscape management: Biodiversity monitoring*. Alberta Biodiversity Monitoring Institute, en ligne : www.arc.ab.ca/areas-of-focus/integrated-landscape-management/biodiversity-monitoring/.
	Système fondé sur les régions forestières	Alberta Sustainable Resource Development. 2003. *Ecological land survey site description manual*. 2e éd., Resource Data Branch, Strategic Corporate Services Division, pub. n° T/036, ISBN : 2819-7.
	Guide de terrain	Archibald, J.H., et Beckingham, J.D. 1996. *Field guide to ecosites of northern Alberta*. Rapport spécial n° 5, Service canadien des forêts, Région du Nord-Ouest, Centre de foresterie du Nord.
	Gestion des ressources naturelles	Gouvernement de l'Alberta. 2009. *Ecological land classification*. Sustainable Resource Development, en ligne: www.srd.alberta.ca/MapsPhotosPublications/Maps/ResourceDataProductCatalogue/Biophysical.aspx.
Territoires du Nord-Ouest	Surveillance de la biodiversité	Gouvernement des Territoires du Nord-Ouest. 2005. *Ecosystem classification of the Northwest Territories*. Environnement et Ressources naturelles des Territoires du Nord-Ouest, en ligne : www.enr.gov.nt.ca/_live/pages/wpPages/Ecosystem_Classification.aspx.

Province ou territoire	Type	Système et références
	Guide de terrain	*Ecosystem Classification of the Northwest Territories* (en cours d'élaboration). Ce projet a été mis sur pied en 2004 dans le but de redéfinir les écozones et les écorégions délimitées aux termes du Cadre écologique national pour le Canada. Personne-ressource : Bob Decker, Division de la gestion des forêts, Environnement et Ressources naturelles, gouvernement des Territoires du Nord-Ouest, 867-874-2009.
Saskatchewan	Renseignements généraux	Saskatchewan Conservation Data Centre. 2009. *Ecoregions of Saskatchewan*. Ministère de l'Environnement de la Saskatchewan, en ligne : www.biodiversity.sk.ca/eco.htm. Virtual Saskatchewan. 2007. *Interactive Ecoregions Map*. En ligne : www.virtualsk.com/maps/ecoregions.html.
Prairies	Guide de terrain	Agriculture et Agroalimentaire Canada. 1995. *Terrestrial ecozones, ecoregions and ecodistricts, Alberta, Saskatchewan and Manitoba, Canada*. Système d'information sur les sols du Canada, Direction générale de l'état de l'environnement, Direction de l'analyse des écozones, Ottawa.
Manitoba	Système fondé sur les régions forestières	Conservation Manitoba. 2001. *Manitoba's forests*. Direction des forêts, gouvernement du Manitoba, en ligne : www.gov.mb.ca/conservation/forestry/mb-forests/.
Ontario	Surveillance de la biodiversité	Gouvernement de l'Ontario. 2005. *Ontario biodiversity strategy – Working draft*. Ministère des Richesses naturelles, en ligne : www.obs-sbo.ca.
	Système fondé sur les régions forestières	Gouvernement de l'Ontario. 2006. *Forest resources of Ontario*. Division des forêts, ministère des Richesses naturelles, en ligne : www.mnr.gov.on.ca/en/Business/Forests/Publication/MNR_E005106P.html.
	Guide de terrain	Lee, H., Bakowsky, W., Riley, J., Bowles, J., Puddister, M., Uhlig, P., et McMurry, S. 1998. *Ecological land classification for Southern Ontario: First approximation and its application*. SCSS Field Guide FG-02, Fédération des naturalistes de l'Ontario. Gouvernement de l'Ontario. 2007. *Notions de classification des terres écologiques*. Direction de la coordination des politiques et de la planification, ministère des Richesses naturelles, en ligne : www.mnr.gov.on.ca/fr/Business/LUEPS/Publication/264780.html. Sims, R.A., Towill, W.D., Baldwin, K.A., et Wickware, G.M. 1997. *Field guide to the forest ecosystem classification for northwestern Ontario*. 2e éd., Field Guide FG-03, Forêts Canada et Ministère des Richesses naturelles de l'Ontario, Thunder Bay (ON).

Province ou territoire	Type	Système et références
	Aménagement du territoire/ planification de la conservation des terres	Credit Valley Conservation Authority. 2010. *Ecological land classification*. Credit Valley Conservation Authority, Natural Heritage, en ligne : www.creditvalleycons.com/programsandservices/downloads/ELCwebsite.pdf. Rideau Valley Conservation Authority. 2010. *Ecological land classification*. Watershed Information Site, Aquatic Habitat and Terrestrial Ecology, en ligne : www.creditvalleyca.ca/wpcontent/uploads/2011/01/NaturalCommunitiesELCdoc.pdf.
Québec	Aménagement du territoire/ planification de la conservation des terres	Gouvernement du Québec. 2003. Le système hiérarchique de classification écologique du territoire. Ministère des Ressources naturelles, de la Faune et des Parcs, en ligne : www.mrnf.gouv.qc.ca/forets/connaissances/connaissances-inventaire-systeme.jsp.
Nouveau-Brunswick	Renseignements généraux	Groupe de travail sur la classification écologique, ministère des Ressources naturelles du Nouveau-Brunswick. 2007. Notre patrimoine du paysage : l'histoire de la classification écologique des terres au Nouveau-Brunswick. 2e éd., en ligne : www2.gnb.ca/content/gnb/fr/ministeres/Ressources_naturelles/TerresDeLaCouronneEtForets/content/ZonesNaturellesProtegees/NotrePatrimoinePaysage.html.
Nouvelle-Écosse	Aménagement du territoire/ planification de la conservation des terres	Neily, P.D., Quigley, E., Benjamin, L., Stewart, B., et Duke, T. 2003. *Ecological land classification for Nova Scotia: Volume 1 – Mapping Nova Scotia's terrestrial ecosystems*. Ministère des Ressources naturelles de la Nouvelle-Écosse, rapport DNR 2003-2, en ligne : www.gov.ns.ca/natr/forestry/ecological/ecolandclass.asp.
Île-du-Prince-Édouard	Système fondé sur les régions forestières	Gouvernement de l'Île-du-Prince-Édouard. 2009. *Forest cover mapping*. Ministère de l'Environnement, de l'Énergie et des Forêts, en ligne : www.gov.pe.ca/gis/index.php3?number=49737&lang=F.
Terre-Neuve-et-Labrador	Système fondé sur les régions forestières	Gouvernement de Terre-Neuve-et-Labrador – Canada. 2010. *Ecoregions of Newfoundland*. Direction des forêts, Ressources naturelles, en ligne : www.nr.gov.nl.ca/nr/forestry/maps/eco_nf.html. Gouvernement de Terre-Neuve-et-Labrador – Canada. 2010. *Ecoregions of Labrador*. Direction des forêts, Ressources naturelles, en ligne : www.nr.gov.nl.ca/nr/forestry/maps/eco_lab.html.

Annexe C

Études de cas relatives au choix des stratégies d'échantillonnage et au calcul du nombre d'échantillons

C.1 Introduction

La présente annexe illustre par des scénarios simplifiés certaines questions connexes aux stratégies d'échantillonnage, l'objectif étant d'enrichir la description des stratégies présentée en 3.3.5. Les notions sous-jacentes à ces scénarios s'appliquent généralement à des stratégies d'échantillonnage en situation réelle. On a utilisé des ensembles de données simplifiés pour illustrer la façon de calculer le nombre d'échantillons à prélever dans chaque étude de cas.

Dans la mesure du possible, on a hiérarchisé les divers scénarios d'échantillonnage aux fins des essais biologiques de toxicité, ce qui signifie que certains des scénarios les plus simples peuvent et devraient être emboîtés dans des scénarios plus complexes. Le scénario qui suit servira d'exemple :

> Un pipeline transportant une substance nocive se rompt à un endroit où il commence à traverser une vallée. La substance qui s'écoule suit le relief descendant, s'accumule au pied de la pente et se répand latéralement. Il y a deux milieux récepteurs distincts : la pente, qui est revêtue de gravier et qui est abrupte; le pied de la pente, qui est constituée de matériaux beaucoup plus fins (p. ex., limon et/ou argile) et qui porte une flore différente en raison de la teneur élevée en eau de la plaine environnante.
>
> Selon la nature de la substance déversée, il pourrait être indiqué :

- d'établir certaines isolignes de toxicité;
- de connaître la toxicité « moyenne » ou générale dans une zone prescrite au pied de la pente;
- de connaître le gradient de toxicité le long de la pente, qui peut avoir une pertinence particulière si les propriétés physiques de la substance rejetée sont telles que le milieu récepteur incliné agit comme colonne de fractionnement.

> Une fois bien comprises les réponses aux essais toxicologiques, il pourrait être indiqué :

- de comparer les résultats des essais sur l'un et/ou l'autre des deux milieux récepteurs avec ceux effectués sur un sol semblable non contaminé;
- d'estimer, en regard des réponses des organismes expérimentaux, un effet de seuil dénotant un niveau significatif de fonctionnalité/dysfonctionnalité écologique ou déclenchant une intervention de gestion;
- de déterminer si le milieu récepteur situé au pied de la pente est hétérogène pour ce qui est des facteurs entraînant la séquestration ou la dégradation différentielle du contaminant, c'est-à-dire s'il exerce une influence directe sur la toxicité/biodisponibilité du contaminant ou une influence indirecte sur les organismes expérimentaux en leur fournissant un microhabitat plus convenable ou moins convenable.

Toute stratégie d'échantillonnage statistique devrait tenir compte du milieu récepteur (les nombreux facteurs à prendre en considération peuvent être regroupés en deux classes générales : ceux qui influent directement sur la toxicité et ceux qui influent indirectement sur la réponse des organismes expérimentaux) et de l'usage prévu des données. Ainsi, une stratégie convenant à l'usage prévu des données pourrait s'avérer inadéquate si elle ne prend pas en considération les facteurs caractérisant le milieu récepteur, et vice versa. Les essais toxicologiques (et la caractérisation chimique des sols) pouvant être coûteux, tous les intervenants devraient, dès les premières étapes du processus d'évaluation d'un lieu contaminé, discuter en détail de l'utilisation prévue des données, puis mettre au point une stratégie d'échantillonnage rentable adaptée au site.

C.1.1 Note aux lecteurs

C.1.1.1 Correction visant les populations finies

Si un important volume de sol doit être prélevé sur un site (ce qui est peu probable), il faut tenir compte de facteurs statistiques particuliers. Toute personne qui utilise les études de cas à titre indicatif pour échantillonner des sols aux fins d'essais biologiques devrait bien comprendre l'analyse qui suit, même si elle est de nature technique.

Lorsqu'on échantillonne une population constituée d'unités discrètes, comme les arbres d'un terrain boisé, la taille de l'échantillon, N, est finie. À mesure que le nombre d'arbres échantillonnés (n) augmente, le ratio n/N se rapproche de 1. Et à mesure qu'il se rapproche de 1, cela influe sur les estimations de la variance. En fait, si n/N = 1, la variance de la moyenne estimée devrait être de 0, étant donné l'absence d'incertitude (on ne tient pas compte de l'erreur de mesure) concernant la moyenne, laquelle est celle de la population du fait qu'elle a été échantillonnée entièrement. La plupart du temps, on ne procède à aucune correction de la population finie, étant donné que cet exercice a des effets négligeables sur les estimations lorsque le ratio est bas.

Lorsqu'on échantillonne un lieu contaminé aux fins d'essais toxicologiques, le volume de sol prélevé par rapport au volume total de sol de la zone d'intérêt (la population) est généralement très peu élevé. Les études de cas qui suivent ne comportent pas de correction de la population finie pour les raisons suivantes :

- comme il est indiqué ci-dessus, le ratio sol échantillonné/sol constituant la population sera probablement très bas, de sorte que la correction aurait des effets négligeables;
- dans une moindre mesure, la notion d'« entité » discrète de sol est nébuleuse;
- il est souhaitable de simplifier les calculs.

Si le volume de sol à prélever aux fins des essais est élevé par rapport au volume total, on devrait consulter Valiant et coll. (2000), par exemple, ou un statisticien.

C.1.1.2 Comment utiliser les conseils fournis dans la présente annexe

Les études de cas qui suivent enrichissent la description des stratégies d'échantillonnage présentée en 3.3.5. On n'y analyse pas explicitement les motifs sous-jacents à l'utilisation d'une stratégie plutôt qu'une autre, car des indications à cet égard sont fournies dans ladite section. Par souci d'exhaustivité, on a ajouté des détails dans les études de cas illustrant certaines questions connexes à la mise au point d'une stratégie d'échantillonnage, mais ils ne sont pas d'une importance critique pour le lecteur moyen. Ils sont identifiés par le symbole ⚠. Le lecteur devrait faire preuve de prudence dans ces cas. Des conseils pratiques sont indiqués en italique. Les symboles, acronymes et conventions utilisés dans la présente annexe apparaissent au tableau C.1. Les tables statistiques nécessaires aux calculs sont fournies à l'annexe J.

Tableau C.1 Symboles, acronymes et conventions

Symbole, acronyme ou convention	Définition ou explication
α	erreur de type I
β	erreur de type II
ν	degré de liberté
h	strate d'un plan d'échantillonnage stratifié
J	nombre d'échantillons systématiques prélevés dans une strate
L	nombre de strates d'un plan d'échantillonnage stratifié
n	nombre d'échantillons
n_h	nombre d'échantillons par strate
s	écart type
s^2	variance
$t_{\alpha,\nu}$	quantile de la distribution t dont le seuil de signification = 100 - α % avec ν degrés de liberté
$x_{h,i}$	i^e observation dans la h^e strate
$\overline{x}$	moyenne de l'échantillon
$\overline{x}_h$	moyenne de l'échantillon de la strate

C.2 Étude de cas n^o 1 – Échantillonnage aléatoire simple et études exposition-témoin

Cette étude de cas, la plus simple de la présente annexe, est souvent à la base de stratégies d'échantillonnage plus complexes et du calcul du nombre d'échantillons à prélever. On y fait appel à l'échantillonnage aléatoire probabiliste afin d'éviter tout biais dans le choix des points d'échantillonnage. On trouvera en 3.3.5 les avantages et les inconvénients associés à l'échantillonnage aléatoire simple (EAS).

C.2.1 Études exposition-témoin

On peut se servir d'essais toxicologiques pour évaluer les effets possibles du sol d'un site d'exposition par rapport au sol d'un site témoin. Les résultats de ces essais peuvent étayer les décisions en matière de gestion de l'environnement. Dans les ouvrages écotoxicologiques, ces études comparatives sont appelées « études exposition-témoin ».

Une étude exposition-témoin consiste à comparer la moyenne des résultats d'un ensemble d'essais toxicologiques effectués en parallèle sur des échantillons provenant d'un site d'exposition et d'un site témoin. Les deux sites doivent être le plus semblables possible quant aux facteurs susceptibles d'influer sur les résultats de l'essai, mais le sol témoin doit être exempt du ou des contaminants préoccupants. Même si cette notion est simple (v. 3.6.2), les conclusions tirées de la comparaison des effets mesurés pour les deux sites peuvent soulever beaucoup de discussions. Les efforts à déployer pour choisir un site témoin défendable sont pleinement justifiés. Il faut souligner que, dans le cas de contaminants naturellement présents dans le sol d'un site, comme les métaux, il n'est pas nécessaire de trouver un site exempt de métaux – un site représentatif des concentrations naturelles de fond suffira. On trouvera des détails sur l'estimation des concentrations de fond à l'échelle locale dans Breckenridge et Crockett (1995), USEPA (2007) et, dans une moindre mesure, Ministère de l'Environnement du Yukon (2002).

Il est essentiel de définir le site d'exposition d'intérêt *avant* d'examiner les données qui serviront aux tests d'hypothèse. Lorsqu'on effectue la reconnaissance chimique d'un sol, on commet souvent l'erreur, pendant l'examen des données recueillies, de considérer qu'une portion de celles-ci correspond à un « point chaud », puis de vérifier l'hypothèse selon laquelle la concentration d'un contaminant est élevée à cet endroit. Autre exemple d'erreur : on décide a priori de prélever au hasard un certain nombre de réplicats dans un site d'exposition et d'utiliser la moyenne aux fins de la décision de gestion si un certain seuil n'est pas dépassé. Si la moyenne est inférieure à ce seuil, mais que ce dernier est dépassé dans le cas de certains réplicats, on commet une erreur en isolant une sous-zone du site et en l'étiquetant comme étant supérieure au seuil. Ces deux utilisations incorrectes des données sont souvent appelées « surexploitation des données ». Cette pratique, qui consiste à utiliser des données pour émettre *et* confirmer des hypothèses, mène à l'établissement de limites de confiance erronées et, peut-être, à une conclusion incorrecte concernant le site d'intérêt. Il est à noter que l'utilisation de données initiales ou préliminaires pour justifier la collecte de données supplémentaires ne constitue pas une surexploitation des données, car aucune hypothèse n'est vérifiée à l'aide de mesures choisies.

Après avoir défini le site d'exposition (peu importe le moyen utilisé) et repéré un site témoin adéquat, on doit choisir la procédure par laquelle on sélectionnera les points d'échantillonnage pour le site d'exposition et le site témoin.

Dans la présente étude de cas, on suppose que le site d'exposition est homogène quant aux variables susceptibles d'influer sur les résultats des essais toxicologiques. Cette hypothèse est éliminée dans les autres études de cas. Étant donné qu'on suppose que les facteurs susceptibles d'influer sur les résultats des essais toxicologiques sont homogènes, un plan d'EAS convient dans les sites désignés.

C.2.2 Mise en œuvre de la stratégie d'échantillonnage aléatoire

Dans le présent exemple, le sol est un continuum bidimensionnel. Le moyen le plus facile de choisir *n* points d'échantillonnage consiste à tracer sur une carte un rectangle représentant les coordonnées en x et y du site. À l'aide d'un générateur de nombres aléatoires uniformes ou de tables de nombres aléatoires[36], on choisit des emplacements en fonction des deux axes, à un niveau de résolution correspondant à celui des méthodes de positionnement utilisées dans l'étude. Si certains de ces emplacements se trouvent à l'extérieur d'une zone à espacement irrégulier, on continue de choisir au hasard des points d'échantillonnage jusqu'à ce que *n* emplacements aient été repérés à l'intérieur du site d'échantillonnage.

C.2.3 Tests d'hypothèse unilatéraux et bilatéraux

Avant d'estimer le nombre d'échantillons à prélever, il faut prendre en considération le type d'écart entre les résultats des essais toxicologiques sur le sol du site témoin et sur celui du site d'exposition. Dans certains cas, il ne doit y avoir *aucun écart*. Par conséquent, si la réponse moyenne est plus élevée *ou* moins élevée pour le site d'exposition que pour le site témoin, on est en présence d'un effet nocif. On appelle test bilatéral un test d'hypothèse de ce type. Dans d'autres cas, on considère être en présence d'un effet nocif *seulement* quand la réponse moyenne est moins élevée pour le site d'exposition que pour le site témoin. Donc, si la réponse moyenne est plus élevée, on ne s'en préoccupe pas. On appelle test unilatéral un test d'hypothèse de ce type.

Étant donné que le nombre d'échantillons est fixe, un test unilatéral est plus puissant qu'un test bilatéral et il faudrait toujours l'appliquer quand il convient de le faire. Toutefois, le choix du test (unilatéral ou bilatéral) doit précéder l'examen des données. S'il est effectué après l'examen, cela constitue une forme de surexploitation des données et mènera à des taux d'erreur incorrects.

---

[36] Disponibles dans des manuels statistiques, comme Sokal et Rohlf (1995) et Zar (1999).

C.2.4 Détermination du nombre d'échantillons à prélever

Le nombre d'échantillons à prélever dépend des taux d'erreur souhaités des types I et II (v. 3.3.10) et est régi par la variation des résultats des essais toxicologiques et l'écart minimum entre la moyenne de ces résultats pour le site témoin et le site d'exposition. Plus la variation est élevée et plus l'écart à détecter est petit, plus il faudra prélever d'échantillons pour atteindre les taux d'erreur souhaités (types I et II). Cette variation peut parfois être si élevée que le nombre d'échantillons à prélever pour atteindre les taux d'erreur souhaités est tout simplement trop grand. Il pourrait alors être indiqué de déterminer si une variable insoupçonnée fausse les résultats. Si c'est le cas, il faudra peut-être prévoir un niveau supplémentaire de stratification pour subdiviser le site en sous-sites homogènes ou utiliser des outils statistiques pour mesurer les effets de variables confusionnelles, éventuellement avec l'aide d'un statisticien. Si ce n'est pas le cas, on pourrait choisir un écart détectable plus grand entre les moyennes obtenues respectivement pour le site d'exposition et pour le site témoin, ou encore utiliser des taux d'erreur des types I et II plus élevés. Les lecteurs sont priés de consulter la sous-section 3.3.10, qui renferme une analyse des taux d'erreur de type II lorsque la protection de l'environnement repose sur l'acceptation de l'hypothèse nulle.

Avant de calculer le nombre d'échantillons à prélever, il faut estimer la variation de la réponse aux essais toxicologiques. On peut utiliser à cette fin les données d'expériences semblables ou le meilleur jugement professionnel; il est conseillé de consulter le personnel du laboratoire d'écotoxicité pour obtenir cette information. La variation estimative représente la variance de la « population », qu'on peut calculer en groupant les variances applicables aux mêmes espèces expérimentales et aux mêmes conditions d'exposition.

L'exemple 1 illustre les décisions et les calculs requis pour estimer le nombre d'échantillons à prélever dans le cadre d'un EAS en vue de vérifier les hypothèses du type exposition-témoin.

C.2.4.1 Exemple 1 : Points à prendre en considération

Cet exemple reprend le scénario présenté au début de l'annexe, à savoir le déversement d'une substance le long d'une pente et son accumulation au pied de celle-ci, par suite de la rupture d'un pipeline. On souhaite déterminer si le sol au pied de la colline a un effet nocif par rapport à un sol de référence convenable situé à proximité. L'essai choisi consiste à mesurer la croissance des racines de semis, étant donné la représentativité taxinomique des semis et la sensibilité des racines aux hydrocarbures météorisés présents. Les points à prendre en considération pour calculer le nombre d'échantillons requis pour les essais sont les suivants :

- l'écart à détecter entre les moyennes établies pour la longueur des racines est de 20 mm;
- étant donné que seule une réponse moyenne moins élevée est considérée comme révélatrice d'un effet nocif, il convient d'utiliser un test unilatéral;
- on dispose de deux écarts types[37] :
  - le premier est tiré d'une étude menée à proximité, où $s_1 = 12$ et $n_1 = 14$;
  - dans le deuxième, $s_2 = 10$ et $n_2 = 10$;
- les taux d'erreur des types I et II sont tous deux[38] de 10 %.

---

[37] Au Canada, les deux taux d'erreur sont souvent identiques lorsque vient le temps de prendre des décisions en matière d'environnement. Le risque de prendre une mesure inutile ou d'omettre de prendre une mesure est donc le même.

[38] Au Canada, les deux taux d'erreur sont souvent identiques lorsque vient le temps de prendre des décisions en matière d'environnement. Le risque de prendre une mesure inutile ou d'omettre de prendre une mesure est donc le même.

C.2.4.2 Exemple 1 : Calculs

À l'aide des écarts types estimatifs disponibles, on peut calculer comme suit la variance combinée :

$$s_p^2 = \frac{(n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2}{(n_1 - 1) + (n_2 - 1)} \qquad [1]$$

où :

s_p^2 = variance combinée;

s_i^2 et n_i = variance et nombre d'échantillons, respectivement, correspondant à l'ensemble de données « i ».

En utilisant les données de l'exemple 1 ci-dessus,

$$s_p^2 = \frac{(14 - 1)144 + (10 - 1)100}{(14 - 1) + (10 - 1)}$$

$$= \frac{2772}{22} \qquad [2]$$

$$= 126$$

On calcule comme suit le nombre d'échantillons requis pour un test bilatéral[39] :

$$n \geq \frac{2s_p^2}{\delta^2}\left(t_{\alpha/2,\nu} + t_{\beta,\nu}\right)^2 \qquad [3]$$

où :

n = nombre d'échantillons à prélever tant sur le site témoin que sur le site d'exposition;

s_p^2 = variance combinée;

δ = écart présentant un intérêt;

$t_{\alpha/2,\nu}$ = quantile de la distribution-t, α = taux d'erreur de type I avec ν degrés de liberté;

$t_{\beta/2,\nu}$ = quantile de la distribution-t, β = taux d'erreur de type II avec ν degrés de liberté;

ν = degrés de liberté = $2(n - 1)$.

Dans le cas d'un test unilatéral, remplacer $t_{\alpha/2,\nu}$ par $t_{\alpha,\nu}$.

Les données de l'exemple 1 et les quatre points à prendre en considération (v. ci-dessus) soulèvent la question suivante : comment peut-on obtenir les quantiles de la distribution-t (tableaux J.2 et J.3 de l'annexe J) qu'exige la formule de calcul du nombre d'échantillons sans connaître ce nombre? Réponse : en établissant ce nombre au jugé, puis en le calculant à l'aide de la formule. On utilise ensuite le nombre estimatif d'échantillons en tant que degrés de liberté pour la distribution-t, puis ce nombre est calculé de nouveau. Cette procédure itérative est appliquée jusqu'à ce que le nombre estimatif d'échantillons soit identique dans deux itérations successives.

---

[39] La modification applicable à un test unilatéral est présentée immédiatement après les définitions.

Divers programmes logiciels permettent d'estimer le nombre d'échantillons à prélever. Si cette estimation se fait à la main, il est préférable de commencer par un nombre élevé établi au jugé. Dans le cas présent, on suppose qu'il faut prélever 7 échantillons tant dans le site témoin que dans le site d'exposition. Ainsi, $\nu = 2(7 - 1) = 12$ et, comme il s'agit d'un test unilatéral, $t_{0,10,12} = 1,356$.

$$n \geq \frac{2 \times 126}{20^2}(1,356 + 1,356)^2 \qquad [4]$$

$$\geq 4,6336$$

En péchant par excès de prudence, on établit à $n = 5$ le nombre d'échantillons à prélever dans chacun des deux sites. En reprenant les calculs précédents, où $n = 7$ (au jugé), $\nu = 2(5 - 1) = 8$ et $t_{0,10,8} = 1,397$, on en arrive à $n = \geq 4,9181$. En péchant encore une fois par excès de prudence, on établit à $n = 5$ le nombre d'échantillons à prélever dans chacun des deux sites. Étant donné que le nombre estimatif d'échantillons est le même pour les deux itérations successives, c'est ce nombre, soit $n = 5$, qui est choisi pour le site témoin et pour le site d'exposition.

C.2.4.3 Validité des calculs du nombre d'échantillons

On suppose, en regard du nombre d'échantillons calculé à l'aide des méthodes ci-dessus, que les paramètres des essais toxicologiques suivent une distribution normale (gaussienne) et qu'ils sont indépendants les uns des autres. Étant donné que ces paramètres sont aussi estimés à partir des réponses aux essais, la procédure d'estimation peut induire[40] une distribution normale des paramètres.

Si la normalité de la distribution des paramètres des essais toxicologiques soulève des doutes, on peut utiliser un test non paramétrique pour vérifier l'hypothèse d'égalité des médianes entre le site témoin et le site d'exposition. En tant qu'équivalent non paramétrique du test-*t*, le test de Mann-Whitney est moins puissant. En conséquence, le nombre d'échantillons requis pour obtenir des tests d'égale qualité doit être ajusté à la hausse en multipliant le nombre estimatif par 1,2[41].

L'indépendance des observations constitue une autre hypothèse courante des outils statistiques utilisés fréquemment (tests d'hypothèse et calcul du nombre d'échantillons). À cette étape-ci, on ne sait pas si cette hypothèse sera satisfaite quant aux réponses aux essais toxicologiques. Si elle n'est pas satisfaite et que la structure de corrélation (qui sera positive presque à coup sûr) est importante, le nombre d'échantillons sera sous-évalué et le niveau de signification des tests d'hypothèse sera incorrect.

Il pourrait être difficile d'évaluer l'indépendance des résultats des essais toxicologiques effectués en parallèle, car le nombre d'échantillons est relativement petit. *S'il y a corrélation évidente entre les données auxiliaires, comme celles sur les concentrations chimiques, on devrait consulter un statisticien.*

C.2.4.4 Inférences

On peut comparer les données sur le site témoin et le site d'exposition une fois qu'on s'est assuré de leur qualité. À partir de l'exemple 1 et des données brutes du tableau C.2, on compare l'hypothèse nulle voulant que la réponse moyenne aux essais toxicologiques soit identique pour le site d'exposition et le site témoin, et l'hypothèse alternative voulant que cette réponse soit moins élevée pour le site d'exposition que pour le site témoin. On trouvera des détails concernant l'exécution des tests-*t*, y compris les tests d'hypothèse voulus, dans les manuels d'introduction aux statistiques, notamment ceux de Sokal et Rohlf (1995) et de Zar (1999), qu'utilisent les biologistes. Les résultats d'un test-*t* dans lequel on suppose des variances égales sont présentés ci-après.

---

[40] Théorème 18 : Mood et coll. (1974).

[41] D'après l'efficacité relative asymptotique du test de Mann-Whitney par rapport au test-*t* à deux échantillons, analysée dans Nöether (1987).

La variable à tester du test-*t* pour l'ensemble de données de l'exemple est 2,323 avec 8 degrés de liberté, où $P = 0{,}0243$. Cette dernière valeur est très peu élevée, ce qui porte à croire que la preuve est suffisante pour rejeter l'hypothèse nulle et accepter l'hypothèse alternative. On en conclut que la longueur moyenne des racines est moins élevée dans les échantillons du site d'exposition que dans ceux du site témoin, à un niveau de signification de $(1 - 0{,}0243) \times 100\ \% = 97{,}57\ \%$.

Si les données échouent au test de normalité, il est possible que le test non paramétrique de Mann-Whitney ait servi à comparer les médianes du site d'exposition et du site témoin.

C.2.5 Autres points à prendre en considération

Les raffinements suivants des plans d'échantillonnage de base aux fins des comparaisons entre le site d'exposition et le site témoin dépassent le cadre du présent document, mais ils sont inclus afin que les spécialistes de terrain sachent qu'ils existent. Il faudra peut-être demander l'avis d'un statisticien avant de les appliquer.

C.2.5.1 Variances hétérogènes

Dans l'exemple 1, le site d'exposition et le site témoin font l'objet d'un même effort d'échantillonnage. Une telle pratique peut être contre-indiquée lorsque la variation n'est pas la même dans les deux sites. Dans ce cas, un effort d'échantillonnage non proportionnel peut réduire le nombre total d'échantillons à prélever (erreurs des types I et II fixes et écart soulevant un intérêt).

C.2.5.2 Données corrélées

Les observations sont autocorrélées (corrélées entre elles dans l'espace) lorsqu'il y a une plus grande similitude entre celles qui sont rapprochées dans l'espace qu'entre celles qui sont distantes. Lorsque les données sont autocorrélées et que la corrélation est positive (ce qui sera sans doute le cas des essais toxicologiques s'il y a autocorrélation), les estimations de la variance seront biaisées à la baisse. Cela réduira artificiellement le nombre d'échantillons à prélever et augmentera erronément la puissance des tests statistiques. Dans une certaine mesure, l'échantillonnage aléatoire permet d'éviter ces effets; toutefois, avec un échantillonnage aléatoire stratifié (EASt), la variance estimative sera moins élevée pour la moyenne globale qu'avec un EAS. Si on suspecte l'existence d'une autocorrélation, on devrait consulter un statisticien.

C.2.5.3 Considérations liées aux coûts

Un site est parfois plus coûteux à échantillonner qu'un autre pour des raisons comme l'accès au site. Dans un tel cas, on peut envisager un échantillonnage non proportionnel afin d'optimiser les coûts.

Tableau C.2 Ensemble de données de l'exemple 1

	Longueur des racines (mm)	
	Site témoin	**Site d'exposition**
	37,6	11,3
	29,7	7,0
	36,8	4,9
	51,1	17,4
	55,1	9,1
Moyenne estimative	42,06	9,93
Écart type estimatif	10,63	4,82

C.3 Étude de cas n° 2 – Échantillonnage aléatoire stratifié

Un EASt convient lorsque des facteurs connus influent sur la réponse à un essai toxicologique et qu'on souhaite estimer un paramètre en regard de toutes les strates. Par exemple, si un chercheur veut estimer les paramètres à l'intérieur d'une strate, il optera pour un autre programme d'échantillonnage pour cette strate. L'absence de contrôle d'une source connue de variation peut mener à un échantillonnage inutile. Les formules utilisées ici ont été tirées de Cochran (1977) et adaptées (simplifiées) à l'intention des lecteurs.

Une des adaptations a trait à la nature non discrète d'un sol, qui empêche de définir une unité d'échantillonnage individuelle et, par conséquent, un « cadre d'échantillonnage ». Le poids d'une strate, c'est-à-dire le ratio des unités d'échantillonnage dans cette strate et dans la population, ne peut être défini que d'après : 1) les proportions par rapport à la superficie totale ou 2) une unité d'échantillonnage conceptuelle fondée sur le volume de sol que représente un échantillon. D'un point de vue théorique, cette dernière approche est insatisfaisante du fait que le chevauchement des unités d'échantillonnage, attribuable à la nature physique du prélèvement d'un échantillon de sol, est contraire à la notion selon laquelle les unités d'échantillonnage s'excluent mutuellement (une unité d'échantillonnage est unique et ne peut être échantillonnée plus d'une seule fois).

Le présent exemple d'EASt reprend le scénario du pipeline d'où une substance nocive se déverse le long d'une pente et s'accumule au pied de celle-ci. À l'issue de la première étude sur la longueur des racines dans des échantillons de sol prélevés au pied de la colline où les hydrocarbures se sont accumulés, on a constaté que la toxicité était plus élevée (racines moins longues) le long d'une bande de terre située non pas directement au pied de la pente, mais un peu plus loin et parallèlement à la face de la pente. L'examen des propriétés physiques du sol à cet endroit a montré que la proportion de particules grossières y était plus élevée. Conformément aux objectifs de l'étude (non décrits ici), c'est la toxicité de toute la zone située au pied de la colline qui doit être évaluée, et non une portion seulement. On doit donc évaluer la réponse moyenne d'organismes expérimentaux à la toxicité de tout le site.

C.3.1 Mise en œuvre de l'EASt

Une fois les strates choisies, on prélève des échantillons dans chacune. Étant donné que, par définition, le sol d'une strate devrait être le plus homogène possible, il convient de procéder à un échantillonnage aléatoire. Les méthodes à utiliser pour choisir les échantillons aléatoires sont identiques à celles présentées en C.2.2.

C.3.2 Estimation de la moyenne globale et de la variance

Logiquement, la discussion concernant le nombre d'échantillons à prélever ou la répartition optimale des points d'échantillonnage à l'intérieur d'une strate devrait être présentée ici, mais elle apparaît plus loin afin que l'introduction de certains termes et notions statistiques suive un ordre séquentiel.

La première notion est l'estimation de la moyenne globale, par exemple, celle de la longueur des pousses. On utilise à cette fin une moyenne pondérée de la longueur des pousses de chacune des strates. On calcule la moyenne pour chaque strate à l'aide de la formule habituelle suivante :

$$\bar{x}_h = \frac{1}{n_h}\sum_{i=1}^{n_h} x_{hi} \qquad [5]$$

où :

- h = strate visée;
- $\bar{x}_h$ = moyenne pour la strate visée;
- n_h = nombre d'échantillons prélevés dans la strate;
- x_{hi} = i^e observation dans la h^e strate.

La formule suivante permet d'estimer la moyenne globale pour toutes les strates :

$$\bar{X}_{str} = \sum_{h=1}^{L} W_h \bar{X}_h \qquad [6]$$

où :

$\bar{X}_{str}$ = moyenne globale pour toutes les strates;

L = nombre de strates;

W_h = poids de la strate, c'est-à-dire la proportion de la superficie totale que représente la strate h dans l'estimation de la variable statistique.

La variance de la moyenne globale, $s^2(\bar{X}_{str})$, en supposant que le site (la population) à l'étude est très étendu par rapport au nombre d'échantillons, est calculée comme suit :

$$s^2(\bar{X}_{str}) = \sum_{h=1}^{L} \frac{W_h^2 s_h^2}{n_h} \qquad [7]$$

où :

s_h^2 = variance à l'intérieur de la strate, calculée comme suit :

$$s_h^2 = \frac{1}{n_h - 1} \sum_{i=1}^{n} \left(x_{h,i} - \bar{X}_h\right)^2 \qquad [8]$$

L'équation 7 montre qu'un EASt est préférable à un EAS du fait que la variance de la moyenne pour l'ensemble du site est une fonction des seules variances à l'intérieur des strates. En conséquence, si les strates sont choisies avec soin, un EASt peut donner une estimation nettement plus juste (variance moins grande) de la moyenne qu'un EAS.

C.3.3 Répartition optimale de l'effort d'échantillonnage à l'intérieur des strates

La formule la plus simple pour répartir l'effort d'échantillonnage part de l'hypothèse selon laquelle le coût du prélèvement d'échantillons dans chaque strate ne varie pas et qu'on s'intéresse avant tout à réduire au minimum la variation, et ce, à un coût fixe [nombre total d'échantillons (n) prédéterminé]. Dans ce cas, la répartition optimale (répartition de Neyman; Neyman, 1934) est établie comme suit :

$$n_h = n \frac{W_h s_h}{\sum_{h=1}^{L} W_h s_h} \qquad [9]$$

Les coûts peuvent varier d'une strate à l'autre si, par exemple, il est difficile d'avoir accès à un sous-site. Le cas échéant, Cochran (1977) propose la formule suivante pour calculer la répartition optimale de l'effort d'échantillonnage lorsque le nombre d'échantillons est fixe et qu'on souhaite réduire au minimum la variation :

$$n_h = n \frac{W_h s_h / \sqrt{c_h}}{\sum_{h=1}^{L} W_h s_h / \sqrt{c_h}} \qquad [10]$$

où :

c_h = coût de l'échantillonnage dans la h^e strate.

Dans cette répartition, on suppose que le coût de l'échantillonnage a été calculé comme suit :

$$\text{coût} = c_0 + \sum_{h=1}^{L} c_h n_h \qquad [11]$$

où :

c_0 = coûts indirects (frais de déplacement jusqu'au site, p. ex.).

C.3.3.1 Exemple 2 : Points à prendre en considération

Dans le site d'intérêt défini précédemment, la bande de particules plus grossières représente 40 % de la superficie totale. Les taux d'erreur des types I et II sont les mêmes, tout comme les autres facteurs spécifiques, sauf que c'est maintenant la longueur des pousses qui permettra d'évaluer la toxicité du sol. L'écart qu'il est important de détecter est de 20 mm. Le coût du prélèvement d'un échantillon est le même pour toutes les strates. Le budget du projet prévoit suffisamment de ressources pour prélever et analyser $n = 24$ échantillons. La question est maintenant de savoir quel est le meilleur moyen de répartir les 24 points d'échantillonnage.

C.3.3.2 Exemple 2 : Calculs

Les calculs qui suivent montrent comment optimiser la répartition de l'échantillonnage en fonction d'un coût fixe. L'équation 9 est utilisée à cette fin. W_h, soit la proportion de chaque strate (L = 2) par rapport à la superficie totale, est de 0,40 et de 0,60. En tout, $n = 24$ échantillons seront prélevés.

Tableau C.3 Calcul préliminaire de la répartition de l'effort d'EASt

Strate$_h$	W_h	s_h	$W_h s_h$	
1	0,40	8	3,20	
2	0,60	4	2,40	
			5,60	$= \sum_{h=1}^{L} W_h s_h$

L'équation 9 appliquée à la strate 1 donne :

$$n_1 = 24\frac{0{,}4 \times 8}{5{,}60} = 13{,}71 \qquad [12]$$

Pour la strate 2, $n_2 = 10{,}29$. Ainsi, la répartition optimale de l'échantillonnage donne 14 échantillons pour la strate 1 et 10 pour la strate 2. Cet exemple fait ressortir un important aspect d'un EASt, à savoir que le degré de variation à l'intérieur des strates influe fortement sur la répartition optimale de l'effort d'échantillonnage. *Tous les autres facteurs (coût, W_h, etc.) étant égaux, il est toujours avantageux de prélever un nombre proportionnellement plus élevé d'échantillons dans les strates présentant une plus grande variation.*

C.3.4 Estimation du nombre d'échantillons en fonction d'une variance préétablie

Dans une situation idéale, ce qui dicte le nombre total d'échantillons à prélever, ce n'est pas la limitation des coûts, mais bien la nécessité de recueillir suffisamment de données pour tirer une conclusion dont le niveau de précision est prédéterminé et acceptable pour les intervenants. La formule utilisée pour estimer le nombre d'échantillons en fonction d'une variance préétablie est la suivante :

$$n = \frac{\left(\sum_{h=1}^{L} W_h s_h \sqrt{c_h}\right)\sum_{h=1}^{L}\left(W_h s_h \Big/ \sqrt{c_h}\right)}{V + \frac{1}{N}\sum_{h=1}^{L} W_h s_h^2} \qquad [13]$$

où :

c_h = coût de l'échantillonnage dans la h^e strate;

V = variance souhaitée;

N = nombre d'unités d'échantillonnage dans la population.

C.3.4.1 Exemple 3 : Points à prendre en considération

Les données de l'exemple 2 sont utilisées pour illustrer le calcul du nombre d'échantillons au moyen d'une variance prédéterminée, à savoir $V = 12$ mm^2. De plus, dans cet exemple, chaque échantillon est prélevé sur une superficie[42] de 0,8 m^2, et la superficie totale du site est de 1 200 m^2.

C.3.4.2 Exemple 3 : Calculs

L'équation 13 sert à estimer le nombre total d'échantillons à prélever :

L = nombre de strates = 2;

N = nombre d'unités d'échantillonnage dans la population = superficie totale/superficie par unité d'échantillonnage = 1 200 m^2/0,8 m^2 = 1 500;

W_h = poids de la strate et s_h = écart type à l'intérieur de la strate (valeurs indiquées au tableau C.4);

c_h = coût constant par strate = 225 $;

V = variance souhaitée = 12 mm^2.

Tableau C.4 Exemple de calcul préliminaire du nombre d'échantillons à prélever dans un EASt

Strate$_h$	W$_h$	s_h (mm)	c_h ($)	$W_h s_h \sqrt{c_h}$	$W_h s_h / \sqrt{c_h}$	$W_h s_h^2$
1	0,40	8	225	72	0,32	57,6
2	0,60	4	225	126	0,56	117,6
			Total	**198**	**0,88**	**175,2**

[42] Cet exemple illustre un des défis que soulève l'estimation du nombre d'échantillons à prélever dans un milieu continu, comme un sol. Les formules utilisées ici pour calculer ce nombre font appel aux estimateurs traditionnels de Horvitz-Thompson (1952), où on suppose une population finie constituée d'unités d'échantillonnage distinctes. Cette hypothèse n'est pas satisfaite dans un continuum comme un sol du fait qu'il n'existe pas d'entité d'échantillonnage distincte. La solution apportée ici est la création d'une entité hypothétique distincte, soit l'« échantillon » prélevé. Dans cet exemple, la superficie que représente un échantillon (unité d'échantillonnage) peut varier à cause des différences dans la profondeur de l'horizon (il peut y en avoir plus d'un) d'intérêt d'un site. C'est pourquoi le nombre d'échantillons n'est qu'approximatif. Cordy (1993) présente des extensions des estimateurs de Horvitz-Thompson pour l'échantillonnage dans un milieu continu. Ce domaine fait l'objet de recherches actives. Le personnel de terrain qui se préoccupe de cette question devrait consulter un statisticien.

Maintenant,

$$n = \frac{198 \times 0{,}88}{12 + \frac{1}{1500} 175{,}2} \qquad [14]$$
$$= 14{,}38$$

En péchant par excès de prudence, ce nombre est arrondi à 15. Ces 15 points d'échantillonnage peuvent être répartis proportionnellement entre les strates ou en fonction de la répartition optimale de Neyman (v. équation 10) (l'équation 9 pourrait aussi servir pour répartir ces 15 points d'échantillonnage de manière optimale).

C.3.5 Données corrélées

Lorsque les données sont corrélées, il est plus facile d'estimer la variance de la moyenne globale dans un EASt que dans un EAS.

C.3.6 Suggestions relatives à la délimitation des strates

Dans les programmes d'échantillonnage systématique, un des critères de délimitation des strates les plus évidents est la concentration du ou des contaminants préoccupants. Pennock et coll. (2008, tableau 1.2) ont établi quatre classes de variation des propriétés de divers sols, soit basse, modérée, élevée et très élevée. Étant donné que certaines propriétés des sols peuvent influer sur la concentration et la biodisponibilité du ou des contaminants et exercer une influence directe sur la réponse aux essais toxicologiques, la variation de la moyenne globale estimée à l'aide d'un plan d'EASt est une fonction des variations intrastrates des propriétés du sol (v. équation 7). Comme telles, ces variations devraient être considérées comme des variables de stratification.

C.4 Étude de cas n° 3 – Échantillonnage le long d'un transect

Un échantillonnage systématique linéaire (ESL) permet de prélever un nombre d'échantillons, k, à des intervalles prédéterminés le long d'un transect. Le point initial est choisi au hasard. Si tous les échantillons sont prélevés en fonction de ce seul point, le plan d'ESL consistera en un échantillon de la population avec k sous-échantillons. Cet échantillon systématique donne une estimation non biaisée de la moyenne de la population. En d'autres termes, cette moyenne ne dévie pas systématiquement de la moyenne vraie, mais inconnue, de la population. Ce n'est cependant pas le cas de la variance estimative de la moyenne de l'échantillon (équation 1) du fait qu'*un seul échantillon aléatoire* a été prélevé dans la population (le site). Cela peut sembler contre-intuitif pour certains lecteurs, étant donné que k échantillons réels ont été prélevés. Cependant, une fois le point d'échantillonnage initial choisi au hasard, tous les autres points d'échantillonnage du plan sont fixes. Cela cause des problèmes en ce qui a trait à l'estimation de la variance de la moyenne. Ce terme de variance est utilisé pour les inférences quant à la moyenne de l'échantillon et pour calculer le nombre d'échantillons, d'où l'importance d'une estimation non biaisée de la moyenne. Les méthodes permettant d'établir une estimation non biaisée de la moyenne d'un échantillon prélevé le long d'un transect sont fournies dans la présente sous-section (les méthodes de calcul du nombre d'échantillons sont théoriques, étant donné qu'un seul échantillon est prélevé par transect). La mise en œuvre d'un échantillonnage de base le long d'un transect est décrite en C.4.1.

D'un point de vue statistique, les plans d'échantillonnage systématique comportant le prélèvement d'un échantillon unitaire sont problématiques, mais ils sont populaires auprès des spécialistes de terrain parce qu'ils sont faciles à utiliser et qu'ils couvrent l'ensemble d'un site. Dans ce type de stratégie d'échantillonnage, il est de pratique courante de choisir le premier point d'échantillonnage non pas au hasard, mais à proximité d'une source ponctuelle de pollution. *Toutefois, cette pratique est incorrecte, car l'échantillon systématique, qui n'est pas prélevé au hasard, ne peut donner une estimation non biaisée de la moyenne de la population.*

L'échantillonnage systématique soulève un autre problème, celui de la périodicité. Ce problème surgit souvent lorsqu'on recueille des données associées à un rythme diurne quelconque. On risque peu d'avoir à tenir compte de la périodicité dans la plupart des échantillonnages de la toxicité d'un sol, sauf peut-être dans le cas d'installations de biodégradation par épandage destinées à l'assainissement de sols contaminés.

Enfin, on peut aussi effectuer un échantillonnage systématique bidimensionnel dans lequel le point d'échantillonnage initial est choisi au hasard sur une grille.

C.4.1 Mise en œuvre de l'échantillonnage le long d'un transect

On commence par déterminer la distance entre les points d'échantillonnage qui permettra de prélever le nombre souhaité de sous-échantillons (échantillons discrets le long du gradient) pour la totalité du transect. On choisit ensuite au hasard l'emplacement du point d'échantillonnage initial. Les sous-échantillons sont prélevés dans un sens jusqu'à l'extrémité du transect, puis dans l'autre sens, à partir de l'extrémité du transect jusqu'au point initial.

C.4.2 Estimation de la moyenne de l'échantillon unitaire et de sa variance

La moyenne d'un ensemble d'observations recueillies au moyen d'un échantillonnage systématique se calcule comme n'importe quelle autre moyenne. Toutefois, il n'est pas aussi simple d'obtenir une estimation non biaisée de la variance de la moyenne (écart type de la moyenne) dans le cas d'un échantillonnage le long d'un transect. La méthode standard d'estimation de la variance ne convient pas. C'est plutôt la méthode *approximative* suivante qu'il faudrait utiliser si la population est dans un ordre aléatoire (aucune tendance dans la réponse aux essais toxicologiques). Il est à noter que, si la réponse aux essais toxicologiques présente une tendance (ce qui est souvent le cas à l'intérieur d'un site), la formule qui suit *ne devrait pas* être employée. On devrait plutôt utiliser les formules associées aux plans de rechange décrits en C.4.2.1. On pourrait aussi avoir recours à des outils géostatistiques[43] (non décrits ici), sans doute avec l'aide d'un statisticien.

L'estimation *approximative* de la variance de la moyenne de l'échantillon unitaire d'un transect s'établit comme suit :

$$\mathrm{var}(\bar{x}) = \frac{1}{n(n-1)} \cdot \sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})^2 \qquad [15]$$

où :

- n = nombre d'échantillons;
- x_i = i^e observation;
- $\bar{x}$ = moyenne de l'échantillon.

C.4.2.1 Autres points à prendre en considération : plans d'échantillonnage systématique de rechange

On peut utiliser les plans d'échantillonnage systématique de rechange qui suivent pour obtenir des estimations non biaisées de la variance de la moyenne.

Échantillonnage systématique multiple – À la différence de l'exemple utilisé au début de la présente étude de cas, on choisit au hasard J points initiaux. Les formules ci-dessous sont analysées dans Gilbert (1987).

Si la moyenne du j^e échantillon systématique est l'habituelle moyenne arithmétique $\bar{x}_j$, alors la moyenne du transect est :

---

[43] McArthur (1987) a simulé la dispersion gaussienne bidimensionnelle d'un polluant et conclu que, pour estimer la concentration moyenne d'un polluant à l'échelle locale, l'EASt était idéal, suivi de l'EAS, tous deux assortis d'estimateurs adéquats. Le rendement de ces estimateurs était supérieur à celui des estimations krigées.

$$\bar{\bar{x}} = \frac{1}{J} \cdot \sum_{j=1}^{J} \bar{x}_j \qquad [16]$$

et la variance de la moyenne[44] est :

$$\text{var}(\bar{\bar{x}}) = \frac{1}{J(J-1)} \cdot \sum_{j=1}^{J} \left(\bar{x}_j - \bar{\bar{x}}\right)^2 \qquad [17]$$

Échantillonnage systématique stratifié – Dans un échantillonnage systématique stratifié, on prélève dans chaque strate ≥2 échantillons systématiques. On peut estimer la moyenne et la variance de la strate *h* à l'aide des équations 15 et 16, respectivement, après quoi on peut estimer la moyenne et la variance de la population à l'aide des équations 6 et 7, respectivement.

C.4.2.2 Autres points à prendre en considération : données corrélées

Tout comme l'EAS, l'échantillonnage systématique donne des estimations biaisées de la variance de la moyenne (Flores et coll., 2003) lorsque les données sont corrélées. Aucune généralisation ne peut être faite, à partir de la force des autocorrélations[45], quant à la question de savoir si ce biais est plus grand ou moins grand que celui estimé au moyen d'un EASt. Les résultats d'un échantillonnage systématique peuvent être meilleurs ou moins bons que ceux d'un EASt. Si les données sont corrélées, on devrait consulter un statisticien.

C.5 Étude de cas n° 4 – Détection d'une zone de toxicité élevée

En matière de gestion de l'environnement, les décisions fondées sur les résultats d'essais toxicologiques peuvent comporter la détection et/ou la délimitation des zones de toxicité élevée d'un site. Il est à noter que ces « points chauds » peuvent être différents de ceux définis d'après les concentrations chimiques seulement, étant donné que les résultats en question tiennent compte de l'exposition à des contaminants individuels et de leurs effets additifs, synergiques et/ou antagonistes, de même que des facteurs qui influent sur leur biodisponibilité et sur la réponse des organismes expérimentaux.

Les stratégies d'échantillonnage permettant de détecter des points chauds incluent l'échantillonnage systématique, des variantes adaptatives d'autres types de stratégies d'échantillonnage et, dans certains cas, l'échantillonnage composite conformément à d'autres types de stratégies. L'optimisation des stratégies qui conviennent varie avec l'approche envisagée pour l'analyse des données (c.-à-d. selon des plans faisant appel aux approches inférentielles courantes, ou selon des modèles comportant la modélisation simultanée de la nature spatiale de la ou des réponses et de la structure de corrélation connexe), l'utilisation prévue des données, l'approche d'échantillonnage (déjà établie ou adaptative), le regroupement autorisé ou non d'échantillons, etc. La présente étude de cas se fonde sur un scénario courant : combien d'échantillons faut-il prélever pour s'assurer qu'un point chaud d'une superficie et d'une orientation données sera détecté? Autres questions possibles : quelle est la probabilité de rater un point chaud d'une superficie donnée? Quelle est la probabilité de détecter un tel point chaud au moyen d'un plan précis d'échantillonnage en grille? La présente étude de cas s'inspire largement de Gilbert (1987), qui s'inspire lui-même de Singer (1972).

C.5.1 Exemple 4 : Points à prendre en considération

Les calculs reposent sur les hypothèses suivantes :

- les points chauds inconnus sont répartis au hasard;
- on peut affirmer sans se tromper qu'un échantillon provient ou non d'un point chaud;
- vu d'en haut, le point chaud a une forme elliptique ou sphérique;
- la superficie que représentent les échantillons est petite par rapport à la superficie totale du site.

---

[44] Il existe un facteur de correction de la population finie pour ces formules.

[45] ⚠ Les corrélations sont positives et les données sont anisotropes et non tendancielles.

Avant d'estimer l'espacement des lignes de la grille aux fins de la détection des points chauds, il faut définir la probabilité (β) acceptable de ne pas détecter un point chaud de la taille souhaitée. Conformément aux tests d'hypothèse déjà menés, cette probabilité devrait se situer entre <10 % et 20 % tout au plus.

C.5.2 Exemple 4 : Procédure

On calcule la forme S du point chaud comme suit :

$$S = \frac{I}{L} \qquad [18]$$

où :

I = longueur de l'axe court/2;

L = longueur de l'axe long.

Il est à noter que la valeur de S se situe entre 0 et 1. On détermine l'espacement des lignes de la grille à partir des diagrammes des figures 3, 4 ou 5 de Zirschky et Gilbert (1984) (pour les grilles carrées, rectangulaires ou triangulaires, respectivement; v. figure C.1), en se fondant sur la valeur probable de S et la valeur souhaitée de β.

Lorsque les données doivent être interprétées à l'aide du krigeage, Yfantis et coll. (1987) ont conclu, à partir des mêmes critères qu'Olea (1984), qu'une grille triangulaire équilatérale était légèrement plus efficace qu'une grille rectangulaire, mais qu'une grille hexagonale était encore plus efficace que ces deux dernières lorsque la variation à petite échelle est élevée par rapport à la variation globale et que la distance entre les points d'échantillonnage s'approche de celle où les observations sont fonctionnellement non corrélées.

En l'absence de données permettant d'estimer l'espacement des lignes de la grille hexagonale pour satisfaire aux exigences de la stratégie d'échantillonnage (p. ex., forme de l'ellipse, β), on a choisi une grille triangulaire aux fins de l'illustration.

Étant donné que la forme du point chaud est inconnue, une valeur relativement peu élevée de $S = I/L$ = 12 m/40 m = 0,3 a été choisie, conformément à Zirschky et Gilbert (1984). En utilisant β = 0,10 et la figure 5 de la source précitée, on constate qu'aucune grille ne satisfait à ces critères. En choisissant plutôt une ellipse moins allongée où S = 12 m/20 m = 0,6, la figure 5 de Zirschky et Gilbert (1984) peut être utilisée comme suit :

- tracer une ligne horizontale à partir de β = 0,10;
- là où cette ligne coupe la courbe S = 0,6, tracer une ligne verticale le long de l'abscisse (axe des x) jusqu'à L/G = 0,7;
- avec la définition de G présentée à la figure C.1, on constate que, étant donné que L/G = 0,7 et que L (notre exemple) = 20, alors G = 28,57 m.

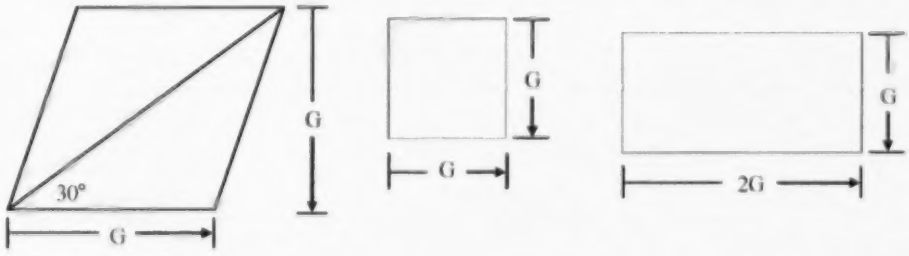


Figure C.1 Dimensions des grilles (de gauche à droite) triangulaire, carrée et rectangulaire

Géostatistiques

D.1 Choix et application de variogrammes aux fins de l'évaluation biologique de lieux contaminés

On procède à des évaluations biologiques des sols afin de connaître les réponses d'organismes vivants exposés aux contaminants que renferment ces sols. Comme il est indiqué en 3.3.6, on se sert d'outils géostatistiques pour produire des cartes spatiales de ces réponses et de leur variation. Ces outils partent d'hypothèses relatives au processus à modéliser. Un variogramme peut servir à vérifier ces hypothèses et à se faire une meilleure idée de la répartition géospatiale des réponses biologiques.

Tel qu'il est précisé en 3.3.6, plutôt que d'utiliser des corrélations, les géostatisticiens emploient, pour des raisons historiques, la covariance entre les observations pour construire des variogrammes. Un variogramme décrit la covariance entre des observations séparées par une distance h. On estime le variogramme comme suit :

$$\hat{\gamma}(h) = \frac{1}{2N_h} \sum_{i=1}^{N_h} (Z(s_i) - Z(s_i + h))^2 \qquad [19]$$

où :

- $\hat{\gamma}(h)$ = moitié de la distance quadratique moyenne entre les observations séparées par une distance h;
- $Z(s)$ = fonction aléatoire (ici, résultat choisi au hasard parmi les résultats d'un essai toxicologique);
- $Z(s_i)$ = valeur de la fonction à l'emplacement i;
- h = distance;
- N_h = nombre de paires d'échantillons.

La figure D.1 présente un variogramme général.

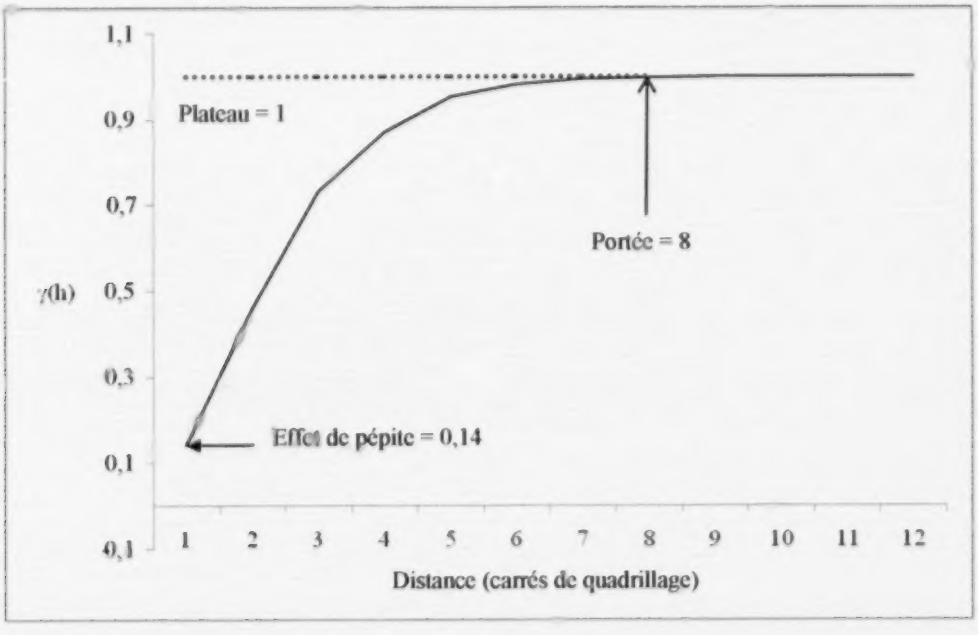


Figure D.1 Variogramme général

Le variogramme de la figure D.1 a une asymptote[46] horizontale égale à 1, appelée « plateau ». Sur l'axe des x, le point où la courbe approche de l'asymptote est appelé « portée ». Au-delà de cette portée, les observations ne sont pas corrélées.

Même si la corrélation entre les observations séparées par la distance théorique de zéro devrait être nulle, il existe une petite variation attribuable à la mesure elle-même (ou variation à micro-échelle) appelée « effet de pépite ». Un fort effet de pépite par rapport au plateau pourrait être préoccupant. Toutefois, on ne dispose pas de suffisamment de données systématiques sur la toxicité des sols pour déterminer quel serait l'effet de pépite type et, par conséquent, en quoi consisterait un « fort » effet de pépite.

Il est à noter qu'un variogramme ne prédit pas les valeurs – il ne fait que décrire la structure de corrélation entre les observations effectuées dans un lieu donné. Pour prédire les valeurs, on se sert des renseignements fournis par le variogramme (corrélation modélisée entre les observations adjacentes) et d'une technique d'interpolation linéaire appelée « krigeage » (v. 3.3.6.2, de même que D.2 ci-après).

Certains termes connexes au choix et à l'estimation des variogrammes (présentés ci-dessous) sont abordés en regard d'un petit programme théorique d'échantillonnage en grille où les points d'échantillonnage sont établis le long d'une grille carrée et où une distance *h* sépare les transects. Comme on peut le voir ci-dessous, pour tout emplacement *X* (non limitrophe), 4 autres points d'échantillonnage sont situés exactement à la même distance *h*.

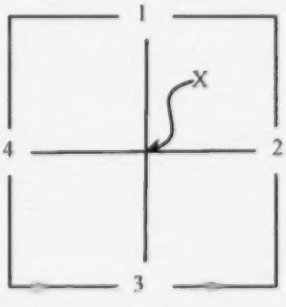


Figure D.2 Points d'échantillonnage situés à la même distance *h* de l'emplacement *X*

Avec une grille carrée comportant 3 transects est-ouest et autant de transects nord-sud, distants chacun de 1 m, on obtient 12 paires d'observations distantes de 1 m et 6 autres, de 2 m. En examinant les distances dans les axes nord-est et sud-ouest ainsi que dans les axes nord-ouest et sud-est, on constate que d'autres distances fixes sont possibles entre des paires d'observations. Ces distances ainsi que le nombre de paires d'observations possibles sont présentés au tableau D.1.

Dans cet exemple d'échantillonnage en grille, le variogramme peut être estimé à *seulement* 5 distances différentes (1, 1,41, 2, 2,24 et 2,83 m).

Plutôt que d'utiliser des distances précises, on peut diviser les distances en lots ou en portées, comme on le fait pour les histogrammes de fréquence, et créer des lots incrémentaux de 0,5 m. Ainsi, le « lot 1 » ou le « décalage 1 » engloberait les observations séparées par une distance de 0-0,5 m. Dans l'exemple d'échantillonnage en grille présenté ici, le nombre de paires séparées par cette distance est de 0. Dans le lot 2 ou le décalage 2 (distance de 0,5-1,0 m), on a 12 paires d'observations. Les autres lots ou décalages sont définis de la même façon. On estime la covariance des paires d'observations de chaque lot et on la porte sur un graphique en fonction de la distance ou du nombre de décalages.

---

[46] Ligne dont s'approche une courbe sans jamais l'atteindre. On peut l'assimiler à une limite. Le plateau est la variance du processus aléatoire [soit $\lim_{h \to \infty} \gamma(h)$].

Tableau D.1 Nombre de paires d'observations par rapport à la distance

Orientation	*h* (distance, exprimée en mètres)	Nombre de paires
Nord-sud ou est-ouest, transects adjacents	1	12
En diagonale, transects adjacents	1,41	8
Nord-sud ou est-ouest, en sautant un transect	2	6
En diagonale, en sautant deux transects dans une direction et un transect dans l'autre	2,24	8
En diagonale, en sautant un transect	2,83	2

Le paragraphe qui précède montre qu'on peut utiliser l'augmentation du décalage pour établir la distance que représente un décalage. En connaissant la valeur de cette augmentation ainsi que le nombre de décalages, on peut déterminer la gamme de distances entre les paires d'observations effectuées à des décalages précis. Le lecteur peut se demander : « Pourquoi parler de décalage plutôt que de distance? »

La raison est la suivante : lorsqu'un échantillonnage n'est pas effectué selon une grille ou que les transects ne sont pas exactement perpendiculaires ou parallèles, on obtient généralement une seule paire d'observations séparées par une *distance spécifique*. En utilisant un décalage plutôt qu'une distance discrète, on obtient des paires d'observations séparées par une gamme de distances et on peut s'en servir pour représenter la covariance au point milieu du décalage et mieux estimer la covariance. Lorsque la valeur de l'augmentation du décalage est plus élevée, le nombre de paires d'observations possibles est plus élevé également, mais cela peut embrouiller le variogramme. Le choix des augmentations du décalage est abordé en D.1.2.

La « tolérance de décalage » est une notion connexe qui reconnaît qu'un emplacement ne peut être absolument « exact » et qui permet d'obtenir un plus grand nombre de paires d'observations satisfaisant au critère de distance (sans augmenter le décalage). Il s'agit en fait d'une imprécision admissible d'une distance donnée. Ainsi, dans l'exemple susmentionné, avec une tolérance de décalage de 0,01 m, le « lot 2 » ou le « décalage 2 » correspondrait aux observations séparées par une distance allant de 0,5 m moins 0,01 m à 1,0 m plus 0,01 m.

Dans cet exemple, le nombre de paires d'observations utilisé pour estimer la covariance à une distance donnée varie avec la distance. En règle générale, plus la distance (ou le décalage) est grande, moins il y a de paires d'observations satisfaisant au critère de distance. Pour s'assurer que les covariances sont raisonnablement bien estimées, on peut préciser le nombre minimal d'observations à utiliser pour cette estimation. (On peut aussi choisir une augmentation du décalage plus élevée.)

Enfin, étant donné que le degré de covariance entre les observations très éloignées les unes des autres est généralement moins élevé qu'entre les observations très rapprochées, l'estimation des covariances au-delà d'une certaine distance est de peu d'utilité. C'est pourquoi on précise souvent le décalage maximal dans l'estimation des covariances.

La plupart des logiciels utilisés couramment pour estimer les variogrammes comportent des valeurs par défaut pour la tolérance de décalage, le décalage maximal et/ou le nombre minimal d'observations utilisées pour estimer une covariance, mais l'utilisateur final devrait être au fait des notions qui précèdent et s'assurer que ces valeurs par défaut ne biaisent pas le choix du modèle de variogramme. Les données d'entrée des logiciels sont abordées plus en détail en D.1.2. Trois modèles de variogramme courants sont décrits ci-après.

D.1.1 Trois variogrammes utilisés couramment

Les variogrammes théoriques sphérique, exponentiel et gaussien sont couramment utilisés pour la modélisation[47] des traitements géostatistiques. Les formes les plus simples des modèles omettant tout effet de pépite (variogramme non nul à $h = 0$) sont présentées ci-dessous. Il existe des variantes plus complexes tenant compte de l'anisotropie (v. D.1.5.1) et des tendances (v. D.1.5.2). La sous-section D.1.4 traite du choix des variogrammes. Dans le reste de la présente sous-section, on se penche sur l'ajustement des variogrammes et ce qu'ils révèlent.

Variogramme sphérique :

$$\lambda(h) = 1{,}5\left(\frac{h}{a}\right) - 0{,}5\left(\frac{h}{a}\right)^3 \text{ si } h \geq a \text{ et 1 sinon} \qquad [20]$$

où :

h = distance donnée;
a = portée.

Variogramme exponentiel :

$$\lambda(h) = 1 - \exp\left(-\frac{3h}{a}\right) \qquad [21]$$

où :

h = distance donnée;
a = portée.

Variogramme gaussien :

$$\lambda(h) = 1 - \exp\left(-\frac{3h^2}{a^2}\right) \qquad [22]$$

où :

h = distance donnée;
a = portée.

La figure D.3 présente les trois variogrammes théoriques (utilisant la même portée).

D.1.2 Ajustement du variogramme expérimental

Le processus de modélisation commence par l'ajustement d'un variogramme expérimental à l'aide de l'équation 19. On utilise généralement à cette fin un programme d'ordinateur[48]. Toutefois, ce programme exigera certaines « instructions », tout comme une personne qui suit une recette : pour créer un produit final comestible, il lui faut plus qu'une simple liste d'ingrédients (les données brutes et la formule du variogramme expérimental étant considérées comme les « ingrédients » du programme). Une liste d'instructions supplémentaires est présentée

---

[47] Un modèle simple est une formule décrivant comment la réponse (paramètre d'un essai biologique dans le cas présent) varie dans l'espace.

[48] Les auteures ont utilisé notamment ArcGIS Geostatistical Analyst, Surfer et S-plus Spatial Stats, de même que des bibliothèques R, dont « spatial », « gstat » et « geoR ».

ci-après. Il est à noter que de nombreux programmes d'ordinateur renferment des instructions par défaut et que l'utilisateur final n'a pas besoin d'en ajouter. C'est toutefois l'utilisateur final (comme toujours) qui est responsable des données de sortie produites à l'aide des instructions par défaut. Les instructions supplémentaires requises sont les suivantes :

1. Le décalage maximal (ou distance *h*) à utiliser pour estimer les covariances. La valeur courante par défaut est le tiers de la diagonale maximale de la couverture spatiale, mais Journel et Huijbregts (1978) suggèrent d'utiliser la demie de cette valeur.

2. La tolérance de décalage[49], qui est l'écart acceptable entre le décalage souhaité et celui observé. Cette valeur est nécessaire du fait que les distances entre les points s'inscrivent dans un continuum plutôt que de correspondre à des observations discrètes. Le plus souvent, la tolérance de décalage correspond à la demie de l'augmentation du décalage.

3. Le nombre de décalages en regard duquel la covariance sera estimée.

4. L'augmentation du décalage, qui est la distance entre les décalages.

Il est à noter que seule la valeur du point 3 *ou* du point 4 doit être indiquée (si on connaît la distance maximale ainsi que le nombre de décalages *ou* l'augmentation du décalage, on peut calculer l'augmentation *ou* le nombre qu'on ne connaît pas). Certains logiciels peuvent aussi exiger des données d'entrée concernant le nombre minimal de paires d'observations pour lequel une covariance est estimée. Journel et Huijbregts (1978) recommandent d'utiliser ≥30 paires d'observations pour estimer une corrélation (pour une distance ou un décalage en particulier). En l'absence de ces données, l'analyste doit bien comprendre les limites de la covariance pour un décalage estimatif donné à partir de quelques paires d'observations.

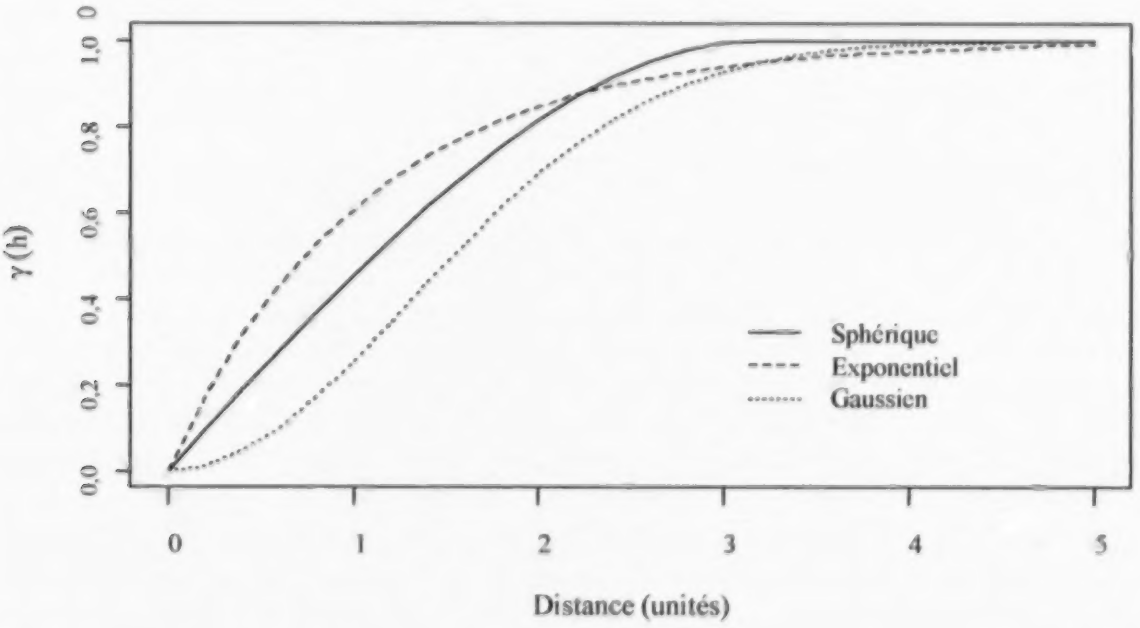


Figure D.3 Variogrammes théoriques

[49] La tolérance de décalage ne fait pas partie du variogramme théorique. C'est un concept opérationnel servant à informer le logiciel quant aux distances pouvant être considérées comme identiques. Par exemple, si le décalage est de 50 m et que la tolérance est de 5 m, toute observation se situant entre 45 et 55 m représenterait un décalage de 50 m.

D.1.3 Que révèle un variogramme expérimental?

Un variogramme expérimental peut indiquer :

- si on est en présence d'une anisotropie (lorsque l'orientation influe sur la variance des observations) ou d'une tendance, ce que dénoterait un variogramme sans plateau (ces importantes notions sont abordées en D.1.5.1 et D.1.5.2, respectivement);

- à quel point des observations corrélées se trouvent à l'intérieur d'une distance donnée. Cette information est utile pour les tests d'hypothèse où on suppose que les observations *ne sont pas* corrélées, lorsqu'on estime le nombre d'échantillons à prélever pour satisfaire au taux d'erreur souhaité, etc.;

- l'hétérogénéité du processus, c'est-à-dire des réponses biologiques dans l'espace. Si le variogramme à l'origine (petites augmentations de la distance ou petits décalages) est linéaire et/ou que l'effet de pépite est important, alors le processus est irrégulier ou non lisse. Si le variogramme à l'origine est parabolique, alors le processus est régulier.

D.1.4 Choix du variogramme

Même si l'ajustement d'un variogramme se fonde sur des critères objectifs, l'analyste de données géostatistiques débutant choisit souvent, pour des raisons pragmatiques, le variogramme présentant le meilleur ajustement. L'ajustement d'un variogramme suppose l'estimation des paramètres des variogrammes théoriques, de la même façon qu'on estime les paramètres (courbe, point d'interception, variance) d'un modèle de régression pour ajuster une régression linéaire aux données x-y. On ajuste un variogramme afin de savoir comment la corrélation entre des observations varie avec la distance. Ce modèle de corrélation (variogramme ajusté) est utilisé dans le krigeage. Lorsqu'on ajuste un variogramme, il est important :

1. d'ajuster les éléments les plus évidents du variogramme expérimental, soit la présence d'un effet de pépite et la présence ou l'absence d'un plateau;

2. d'utiliser le modèle le plus simple convenant aux éléments les plus évidents du variogramme expérimental;

3. d'utiliser chaque variogramme candidat pour produire une surface krigée. La carte d'isolignes décrit-elle adéquatement les données[50]? Si tous les variogrammes candidats décrivent bien les données, on choisit le plus simple.

Selon le logiciel employé, l'utilisateur peut avoir à sa disposition les critères objectifs de la liste ci-dessous, et il peut s'en servir pour comparer différents modèles. Toutefois, comme il est indiqué plus haut, il faut retenir que le choix du variogramme d'après ces critères exige des prédictions de la réponse à modéliser aux points d'échantillonnage. Le variogramme décrit la structure de corrélation entre les observations, mais il ne prédit pas les valeurs. Il faut donc établir une prédiction quelconque pour estimer les critères à utiliser dans le choix du variogramme. Ces critères apparaissent dans la présente section du fait qu'ils s'inscrivent dans la suite logique de l'analyse concernant les variogrammes, mais dans la pratique, l'estimation des critères suit la modélisation des observations elles-mêmes plutôt que l'établissement des corrélations entre les observations. La sous-section D.2 ci-après renferme des exemples de l'utilisation de ces critères pour choisir un variogramme.

---

[50] On utilise le variogramme (dans un scénario boîte noire) pour produire une carte d'isolignes des réponses biologiques. Si la carte ne correspond pas aux réponses mesurées, l'ajustement est « mauvais ». Par exemple, si un point chaud pour lequel on a obtenu une réponse biologique très faible n'apparaît pas sur la carte ou y apparaît sous forme de léger fléchissement, le modèle est mal ajusté. Une carte d'isolignes est un « modèle » décrivant les réponses biologiques, et cette carte se fonde sur le variogramme.

Les critères objectifs listés ci-dessous font appel aux résidus, c'est-à-dire aux écarts entre les valeurs observées et celles prévues au moyen de la procédure employée pour modéliser les observations. Ces critères et leur utilisation sont décrits brièvement ci-après, car une analyse plus détaillée dépasse le cadre du présent document. On trouvera de plus amples détails dans Ripley (1981), Isaaks et Srivastava (1989) et Cressie (1993). Les points clés pour l'utilisateur final sont soulignés. Il est à noter qu'il est peu probable que tous ces critères soient fournis par un seul progiciel. L'utilisateur final devrait employer ceux qui lui permettront de déterminer quel est le « meilleur » variogramme théorique.

Même s'ils sont objectifs, ces critères ont des limites, en particulier si on utilise le krigeage universel aux fins des prédictions[51].

- **Erreur moyenne de prédiction** après validation[52]. C'est la moyenne des résidus. L'erreur moyenne de prédiction devrait être « proche »[53] de zéro.

- **Erreur moyenne standardisée de prédiction** après validation[52]. C'est la moyenne des résidus standardisés. On obtient un résidu standardisé en le divisant par l'erreur quadratique moyenne de prédiction qui y est associée. L'erreur moyenne standardisée de prédiction devrait être « proche » de zéro.

- **Erreur quadratique moyenne de prédiction** après validation[52]. C'est la racine carrée de la moyenne des résidus quadratiques. Plus elle est petite, mieux c'est.

- **Erreur quadratique moyenne standardisée de prédiction** après validation[52]. Comme ci-dessus, mais on utilise des résidus standardisés. L'erreur quadratique moyenne standardisée de prédiction devrait être proche de un.

- **Médiane de la déviation absolue des résidus de validation**. Si le modèle donne une « bonne » prédiction de l'ensemble de données, la médiane de la déviation absolue des résidus de validation croisée sera peu élevée.

- **Écart type des résidus de validation croisée**. C'est l'estimation habituelle de l'écart type appliqué aux résidus de validation croisée (définis ci-dessus). Un petit écart type standard est préférable à un grand. Il est à noter que l'écart type est sensible aux valeurs aberrantes.

- **Corrélation entre les prédictions et les valeurs observées.** Il est souhaitable que cette corrélation soit forte.

D.1.5 Exigences connexes aux variogrammes

Dans les variogrammes décrits ici, on suppose que les données sont isotropes et non tendancielles.
Les sous-sections D.1.5.1 et D.1.5.2 portent sur l'anisotropie et les tendances, respectivement.

---

[51] On trouvera dans Cressie (1993) une analyse de la décomposition de la variation à petite et à grande échelle.

[52] La validation permet de s'assurer que le modèle prédit les valeurs observées. L'approche à privilégier consiste à employer les données non utilisées pour ajuster le modèle. Toutefois, de telles données ne sont généralement pas disponibles. Une autre approche, appelée validation croisée, consiste à utiliser le modèle ajusté, puis à retirer une seule observation de l'ensemble de données. On utilise ensuite le modèle ajusté pour prédire ladite observation.

[53] « Proche » et « petit/petite » ou « peu élevé/peu élevée » sont des qualificatifs subjectifs dont l'emploi devrait reposer sur l'expérience ou le contexte. On peut procéder à une évaluation contextuelle en examinant le critère estimé pour un ensemble de variogrammes théoriques. Le variogramme qui donne le critère le plus « proche » de la valeur indiquée (zéro dans le cas de l'erreur moyenne de prédiction) devrait être choisi en tant que variogramme convenant le mieux au critère évalué. Des notions semblables s'appliquent au qualificatif « petit/petite » ou « peu élevé/peu élevée ». En règle générale, les différents critères indiqueront tous le même « meilleur » variogramme.

D.1.5.1 Anisotropie

Le variogramme de la figure D.1 a été produit à partir d'un échantillonnage en grille où la distance, *h*, était présentée en tant que scalaire (valeur unique) plutôt que comme un ensemble de vecteurs (distance et orientation). Le variogramme n'est valide que si la variance entre les observations est une fonction de la *distance seulement* et non de l'orientation. Cette hypothèse est celle de l'isotropie. Il est à noter qu'elle est peu souvent satisfaite, mais qu'elle est utile dans une introduction aux variogrammes.

Lorsque les réponses à un essai toxicologique sur un sol sont anisotropes, le phénomène est le plus souvent attribuable aux gradients des contaminants et aux facteurs modifiant la toxicité (p. ex., propriétés du sol). En d'autres termes, la corrélation entre ces réponses dépendra non seulement des distances entre les observations, mais aussi de l'orientation des paires d'observations.

Il faut déterminer si on est en présence d'anisotropie, car les variogrammes utilisés pour le krigeage se fondent sur des modèles de covariance isotrope.

Comment reconnaître l'anisotropie – Il existe deux façons de savoir s'il y a anisotropie. La première consiste en l'examen du variogramme : s'il va généralement en augmentant (absence de plateau), il y a anisotropie. La deuxième fait appel à des variogrammes directionnels qui imposent des restrictions directionnelles quant aux paires d'observations pouvant être utilisées pour produire un variogramme. Par exemple, l'angle par rapport au nord (ou azimut) peut être établi à 0 = 45°, avec une tolérance angulaire de 45°. Les paires d'observations sont donc restreintes à celles :

- séparées par la distance ou le décalage $h \pm$ la tolérance de décalage;
- le long d'une orientation de 45° ± la tolérance angulaire.

Si les variogrammes le long de divers angles diffèrent les uns des autres, les données sont anisotropes. Dans un tel cas, on devrait consulter un statisticien.

D.1.5.2 Tendances

Un variogramme décrit la corrélation entre des observations séparées par une distance *h*. Une des hypothèses connexes à un variogramme est que la moyenne est constante. S'il y a une tendance dans les observations, la moyenne n'est pas constante.

On peut reconnaître comme suit l'existence d'une tendance dans les observations :

- à l'aide d'un graphique tridimensionnel montrant la réponse biologique en tant que fonction des coordonnées en x et y du site (il peut s'agir de la latitude et de la longitude, ou encore des distances incrémentales par rapport à un point initial fixe);
- à l'aide d'un variogramme expérimental sans plateau (ce qui peut également révéler la présence d'une anisotropie).

Il y a deux façons de traiter les données géostatistiques tendancielles : on extrait la tendance ou on utilise une méthode qui l'incorpore. Un exemple de cette dernière méthode est donné dans l'étude de cas qui suit.

La sous-section D.2 porte sur l'application de ces notions géostatistiques à l'aide d'ensembles de données réelles et synthétiques.

D.2 Étude de cas géostatistiques sur l'utilisation d'ensembles de données réelles et synthétiques

L'étude de cas qui suit renferme des conseils sur l'application étape par étape de méthodes géostatistiques aux données sur des lieux contaminés en vue de produire des cartes stochastiques d'isolignes des réponses biologiques observées et/ou des mesures chimiques. Cette étude de cas enrichit les indications fournies en D.1 et en 3.3.6, et elle a été conçue, pour ainsi dire, en tant que guide tutoriel.

Trois ensembles de données (v. tableaux D.3, D.4 et D.5) sont utilisés pour montrer de quelle façon mener une analyse complète.

1. Le premier ensemble a trait à des échantillons composites de sol prélevés dans des parcelles de 15 × 15 m selon une stratégie d'échantillonnage systématique en grille. Ces parcelles se trouvent au sud et à l'est de la Meuse, près du village de Stein, aux Pays-Bas. Ce fleuve prend sa source en France, traverse la Belgique et les Pays-Bas, puis se jette dans la mer du Nord. On a analysé la teneur en métaux lourds (Cd, Cu, Pb et Zn) de 155 échantillons de sol. Même si ce sont les concentrations de métaux du sol qui ont été mesurées, les méthodes décrites ici s'appliquent aux paramètres de mesure des essais de toxicité du sol. Les données ont été modifiées aux fins de l'étude de cas.

2. Le deuxième consiste en données synthétiques comprenant 441 observations, simulées à l'aide d'une fonction de covariance sphérique (variogramme sphérique). Les points sont reportés sur une grille carrée de 21 emplacements sur 21. Dans cet exemple, outre la corrélation entre les observations adjacentes, les réponses aux essais toxicologiques sont réparties de manière aléatoire dans la zone d'étude (ces réponses ne présentent aucune tendance pour l'ensemble du site).

3. Le troisième ensemble est constitué du deuxième ensemble de données avec superposition d'une surface tendancielle. On observe un gradient clair dans la réponse aux essais toxicologiques pour toute la superficie à l'étude.

L'évaluation a pour but de produire une « carte » de la réponse (teneur en Zn du sol ou réponse aux essais biologiques) à des emplacements non mesurés, avec application des erreurs de prédiction. La procédure est présentée étape par étape ci-dessous. Elle n'est pas aussi unidirectionnelle qu'il y paraît, et certaines itérations sont souvent nécessaires. Il est à noter également que certains logiciels peuvent automatiser l'une et/ou l'autre de ces étapes.

1. Assurance de la qualité des données. Cette première étape, qui est d'une importance critique, consiste à estimer et à examiner les statistiques sommaires afin de détecter toute observation inhabituelle. On devrait confirmer la présence de toute observation inhabituelle auprès du laboratoire d'essais biologiques avant de procéder aux analyses. De plus, les données devraient être portées sur un graphique et celui-ci devrait faire l'objet d'un examen visuel. Il faut aussi déterminer si on est en présence de tendances (v. D.1.5.2).
2. Création du variogramme expérimental et estimation « à l'œil » de l'effet de pépite, du plateau et de la portée. Certains programmes d'ordinateur exigent des estimations initiales comme points de départ; les valeurs serviront aussi à détecter des erreurs flagrantes.
3. Détection de l'anisotropie (v. D.1.5.1).
4. Ajustement d'un ou de plus d'un variogramme théorique susceptible de décrire le variogramme expérimental.
5. Examen du ou des variogrammes ajustés afin de détecter toute incohérence évidente par rapport au variogramme expérimental.
6. Ajustement du modèle krigé à l'aide du variogramme choisi précédemment.
7. Examen des critères objectifs que fournit le logiciel *et* examen de la superficie ajustée. Au besoin, choisir un variogramme théorique différent et répéter les étapes qui précèdent.
8. Représentation graphique de l'erreur type de prédiction.

Étape 1 – Assurance de la qualité des données

Dans le présent guide tutoriel, on suppose que toutes les données ont fait l'objet d'un contrôle de la qualité. Seuls les graphiques apparaissent ci-dessous. Ceux des figures D.4, D.5 et D.6 illustrent différentes possibilités. Le même type de graphique est utilisé pour un même ensemble de données. On examine chaque graphique afin de déterminer si les concentrations présentent une tendance et de détecter les résultats anomaux.

Conseil pratique : Le lecteur devrait connaître le facteur de forme (rapport entre la distance verticale et la distance horizontale) utilisé pour produire un graphique. Lorsque le facteur de forme est de 1, la représentation graphique des réponses correspond à la réalité; s'il est différent de 1 (pour l'ensemble de données examiné), la représentation graphique sera distordue.

Exemples de méthodes utilisées pour la présentation graphique des données
Sur la figure D.4 (ensemble de données n° 1), chaque « bulle » représente un point d'échantillonnage. La taille de chaque bulle est proportionnelle à l'étendue de la réponse [concentrations logarithmiques de Zn (modifiées)] et le facteur de forme est de 1.

Sur la figure D.5 (ensemble de données n° 2), la taille du symbole ne varie pas, mais la couleur change en fonction des plages (précisées dans la légende) de la réponse continue. Le facteur de forme est aussi de 1.

La figure D.6 (ensemble de données n° 3) est un tracé de contours où le facteur de forme est différent de 1. Un tel tracé est utile lorsque la surface de données est sinueuse.

Conseil pratique : Les lecteurs devraient savoir que, pour *tout* tracé de contours, on utilise un algorithme mathématique par défaut pour produire ces contours. L'algorithme choisi et/ou les variables d'entrée influent sur le tracé et peuvent biaiser les interprétations. L'utilisateur devrait produire plusieurs graphiques en modifiant l'algorithme par défaut afin de s'assurer que celui-ci ne biaise pas les conclusions.

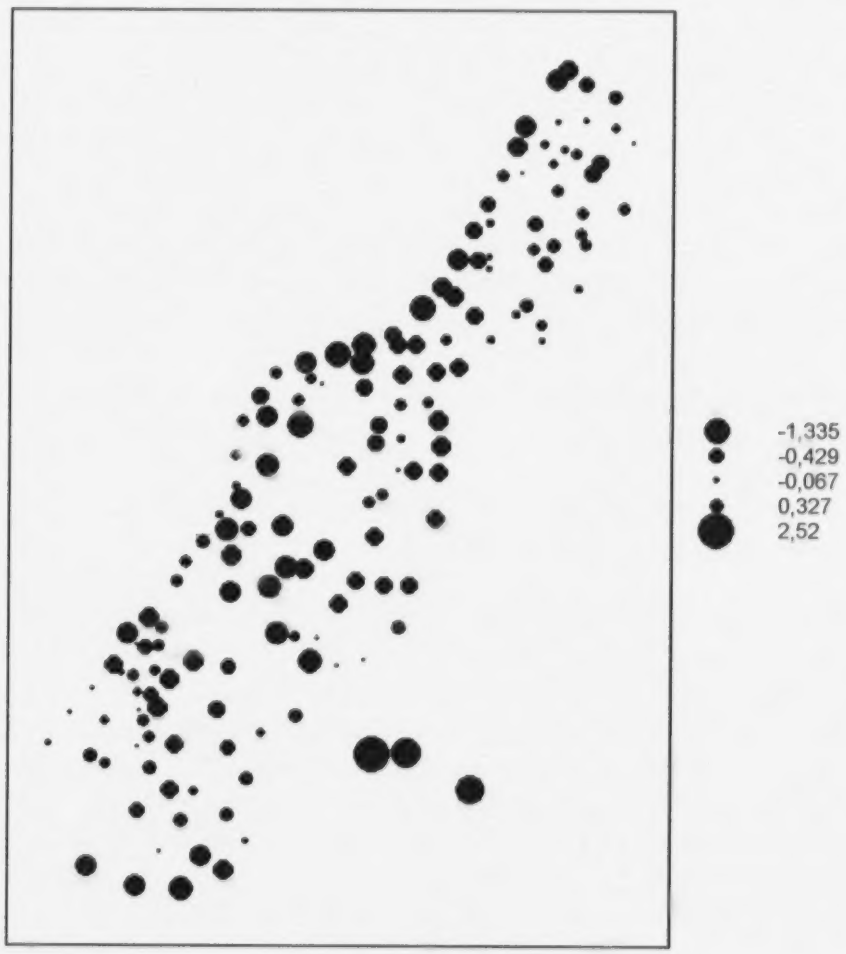


Figure D.4 Représentation spatiale des concentrations, ensemble de données n° 1

Les concentrations logarithmiques de Zn ne présentent aucune tendance évidente, sauf que celles le long de la rive (vers le nord et l'ouest) sont peut-être plus élevées qu'elles ne l'auraient été si le phénomène qui les a occasionnées avait été réellement aléatoire.

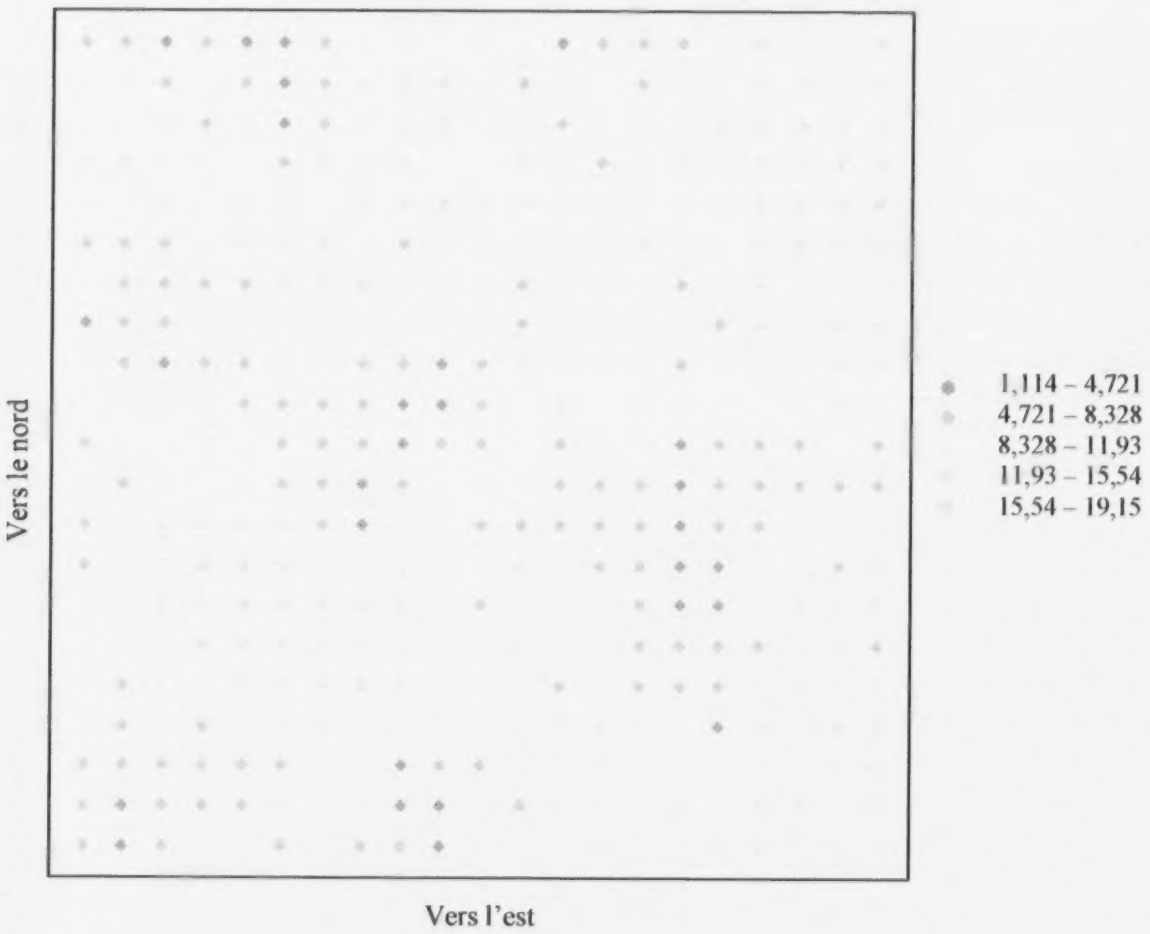


Figure D.5 Représentation graphique en couleur avec légende, ensemble de données n° 2

La figure ci-dessus, où on a utilisé un ensemble de données synthétiques, révèle l'existence de parcelles aux concentrations élevées dont la distribution semble aléatoire. Les plages numériques associées aux couleurs montrent l'étendue de la réponse biologique simulée.

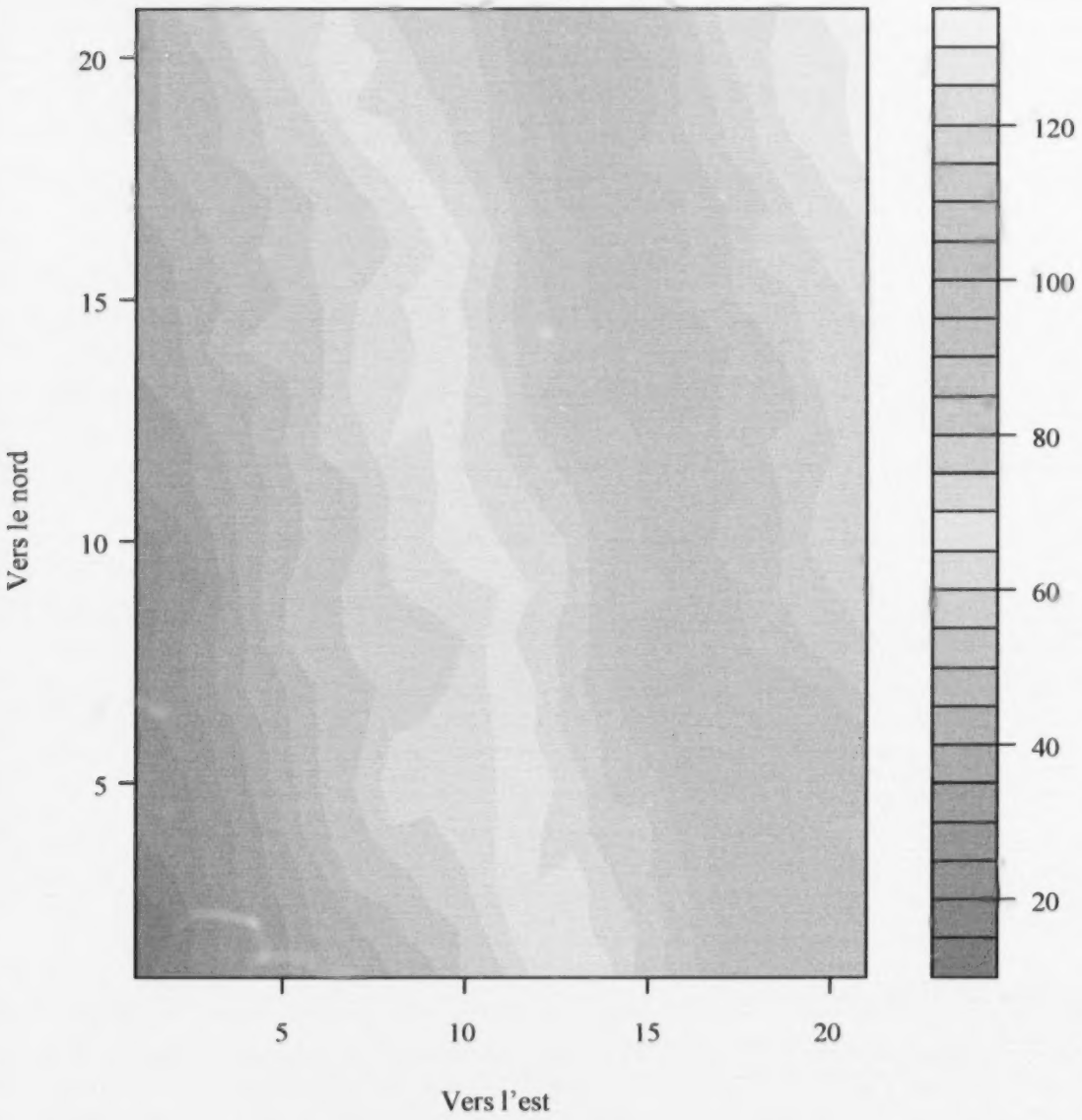


Figure D.6 Tracé de contours, ensemble de données n° 3

La figure ci-dessus, où on a utilisé un ensemble de données synthétiques tendancielles, montre que la réponse biologique est plus marquée, grosso modo, dans la direction nord-nord-est. Il faut se rappeler que le facteur de forme est différent de 1 et que, par conséquent, le nord-est *n'est pas* représenté par une ligne à 45°.

Remarque relative aux paramètres par défaut
Les logiciels[54] fournissent habituellement les paramètres par défaut raisonnables dont on a besoin pour ajuster les variogrammes expérimentaux (distance ou tolérance de décalage, tolérance angulaire, nombre minimal de paires de données pour estimer une semi-variance, etc.) et les surfaces krigées (nombre minimal ou maximal d'éléments voisins, etc.). L'utilisateur devrait entreprendre l'analyse des données à partir des paramètres par défaut.

[54] Les auteures ont utilisé notamment ArcGIS Geostatistical Analyst, Surfer et S-plus Spatial Stats, de même que des bibliothèques R, dont « spatial », « gstat » et « geoR ».

Étape 2 – Création du variogramme expérimental
La figure D.7 présente le variogramme expérimental de l'ensemble de données n° 1 (teneur en Zn du sol).

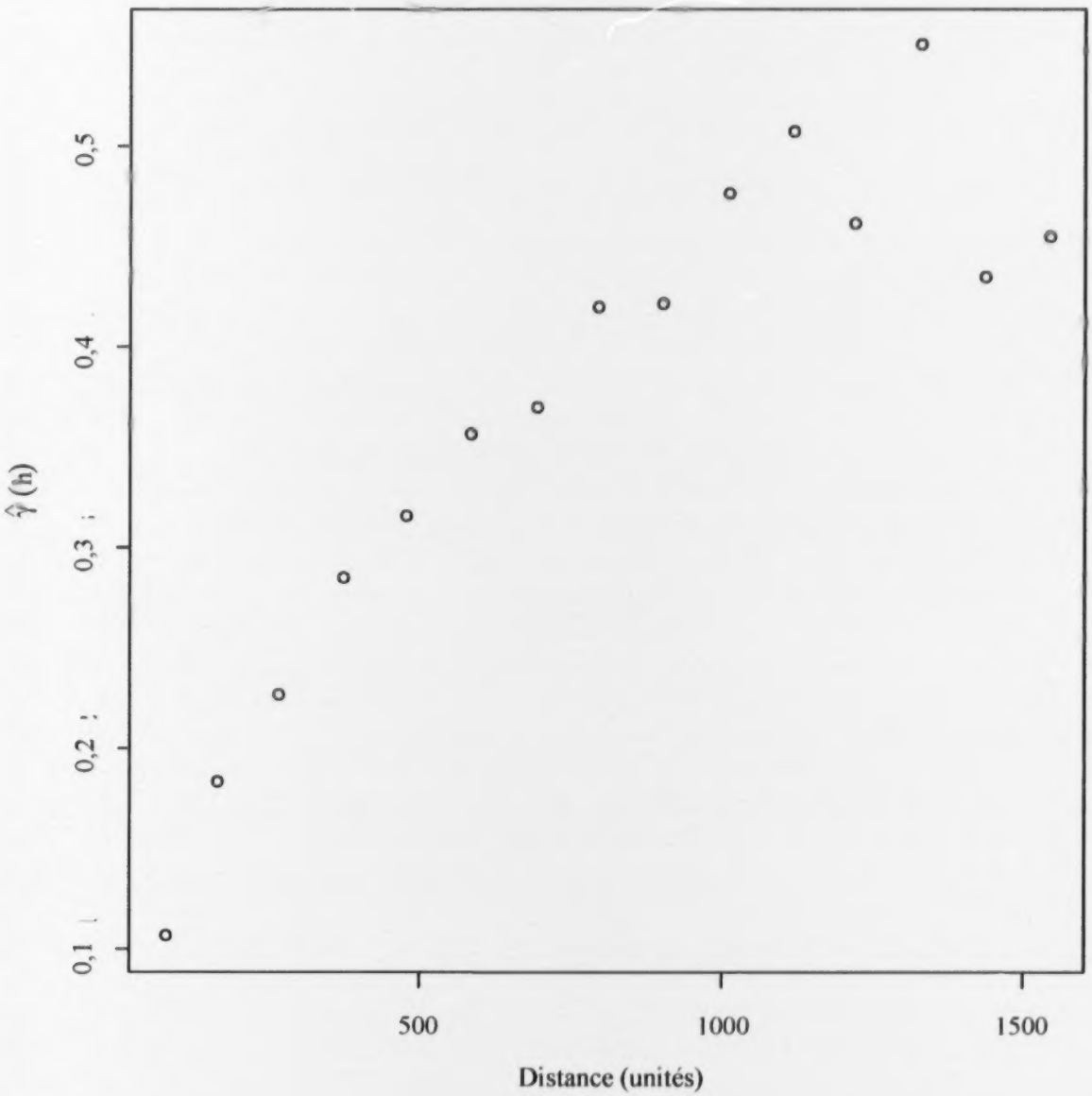


Figure D.7 Variogramme expérimental, ensemble de données n° 1 (teneur en Zn du sol)

Selon le logiciel utilisé, il faudra peut-être établir des estimations initiales de l'effet de pépite, du plateau et de la portée, et ce, à partir d'un variogramme expérimental. Celui de la figure D.7 commence à 0,1, soit la variation à micro-échelle (effet de pépite). Il semble s'aplanir à $\hat{\gamma}(h) = 0{,}48$, mais il peut aussi augmenter et ne pas s'aplanir. Si on suppose qu'il s'aplanit (il y a asymptote horizontale), la portée pourrait être de 1 100 unités.

La figure D.8 présente le variogramme expérimental de l'ensemble de données n° 2 (données synthétiques).

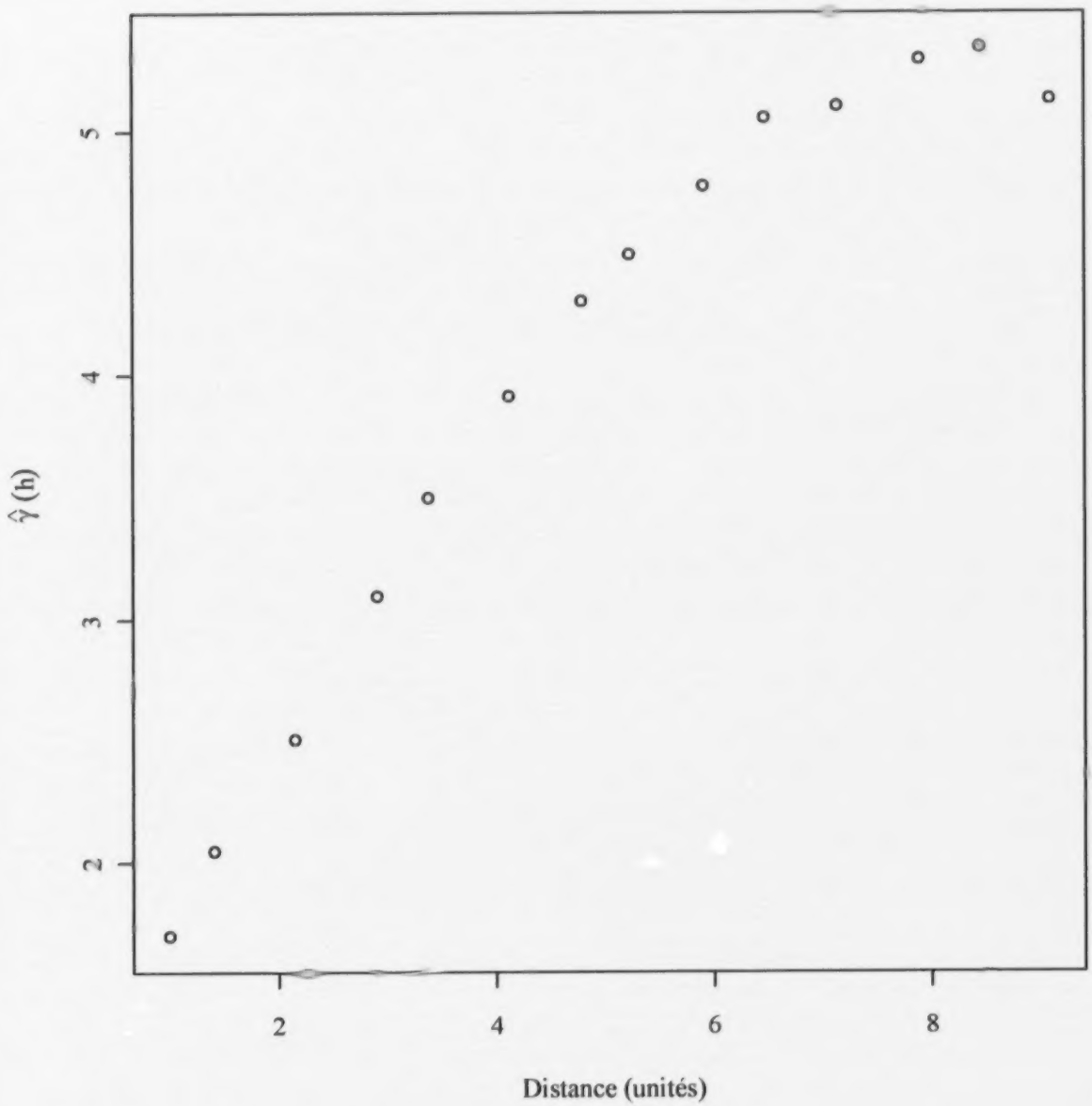


Figure D.8 Variogramme expérimental, ensemble de données n° 2 (données synthétiques)

Le variogramme expérimental ci-dessus commence à 1,5, ce qui correspond à la variation à micro-échelle (effet de pépite). Il semble s'aplanir à $\hat{\gamma}(h) = 5{,}2$, et la portée semble être de 8 unités.

La figure D.9 présente le variogramme expérimental de l'ensemble de données n° 3 (données synthétiques tendancielles).

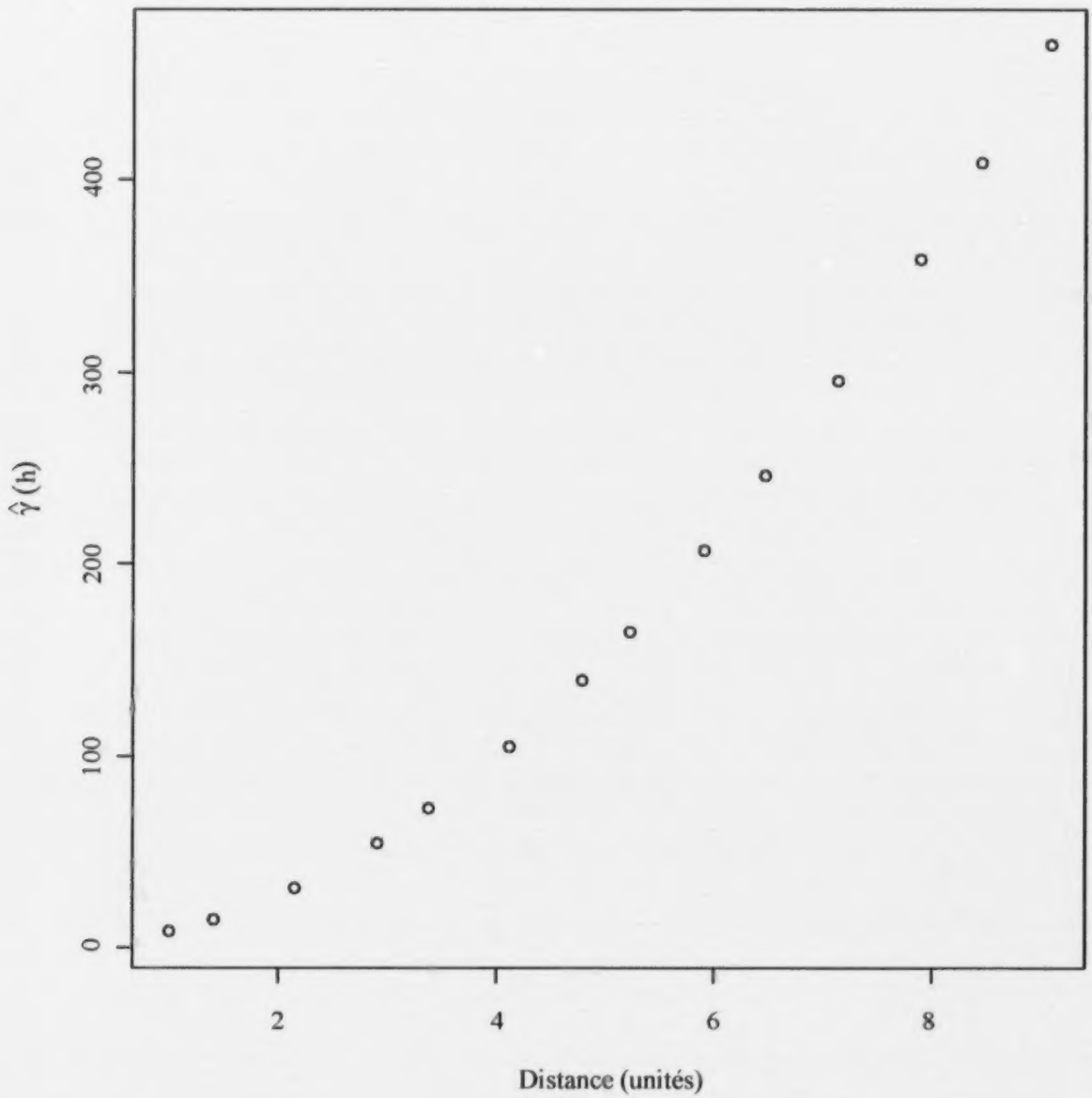


Figure D.9 Variogramme expérimental, ensemble de données n° 3 (données synthétiques tendancielles)

Dans le variogramme expérimental ci-dessus, aucun plateau n'est évident, ce qui était à prévoir puisque les données sont tendancielles (v. figure D.6).

Extraction de la tendance

Comme il est indiqué ci-dessus, l'absence de plateau vient du fait que les données sont tendancielles, et la tendance doit être éliminée avant l'ajustement du variogramme ou le krigeage. Cette procédure, appelée extraction de la tendance, comporte la modélisation de la relation entre la réponse et les variables indépendantes, de même que l'utilisation des résidus du modèle ajusté comme données d'entrée pour l'algorithme du krigeage ou du variogramme.

Comme c'est le plus souvent le cas en modélisation statistique, un modèle décrivant une réponse dépend de la distribution statistique de la réponse modélisée, de même que de la relation présumée entre la réponse et les variables indépendantes. Par exemple, lorsque la réponse à un essai de survie prend la forme d'un tracé curviligne pour une zone donnée, la régression logistique polynomiale pourrait constituer la meilleure façon de la modéliser. Une réponse continue (avec un simple gradient pour une zone donnée) pourrait être modélisée à l'aide d'un modèle de régression linéaire courant, les coordonnées en x et y étant les variables indépendantes. Des indications sur l'extraction de la tendance en général dépassent la portée du présent document; l'exemple choisi conviendra souvent (mais pas toujours!). Il faudra peut-être demander l'avis d'un statisticien sur l'extraction de la tendance de certaines réponses.

Dans la pratique, l'extraction de la tendance peut s'effectuer à l'intérieur de l'algorithme du variogramme ou du krigeage[55] (le logiciel utilisé pour ajuster le variogramme ou la surface krigée) *ou* avant de soumettre les données à cet algorithme. C'est cette dernière méthode qui a été choisie afin de mieux illustrer la procédure.

Dans l'ensemble de données n° 3 (données synthétiques tendancielles), la réponse est continue dans une portée de ~10-135 unités (nombres tirés de l'ensemble de données n° 2). Cette réponse pourrait être, par exemple, la longueur des racines des plantes (exprimée en millimètres). Les variables indépendantes sont (dans cet exemple simple) les emplacements sur l'axe des x et des y. Cela porte à croire qu'un modèle de régression s'appuyant sur une hypothèse de normalité pourrait convenir. Toutefois, la structure qui apparaît dans le variogramme expérimental (et le fait qu'une structure de corrélation ait été intégrée dans cet ensemble de données synthétiques) donne à entendre que l'hypothèse d'indépendance des observations nécessaire pour la régression quadratique ordinaire ne sera pas satisfaite. Étant donné que le modèle de tendance ne sera utilisé que pour l'extraction de la tendance de la surface de données aux fins de l'ajustement du variogramme et du krigage, on utilise la régression ordinaire des moindres carrés. En situation réelle, on pourrait utiliser les moindres carrés généralisés.

Le modèle suivant a été ajusté aux données synthétiques tendancielles :

$$\text{réponse} = 9{,}317 + 1{,}385x + 4{,}540y$$

Les détails du modèle de régression linéaire ajusté ne sont pas présentés du fait qu'ils sont subordonnés à l'extraction de la tendance (mais ils demeurent cruciaux du fait que le modèle décrit la tendance). Avec ce modèle, on obtient les résidus (écart entre les valeurs observées et celles attendues) qu'on utilise comme données d'entrée dans les algorithmes du krigeage et du variogramme.

Après extraction de la tendance, on obtient le variogramme expérimental apparaissant à la figure D.10.

---

[55] On parle alors de krigeage universel ou, moins communément, de krigeage à dérive externe si les variables indépendantes n'incluent pas les coordonnées.

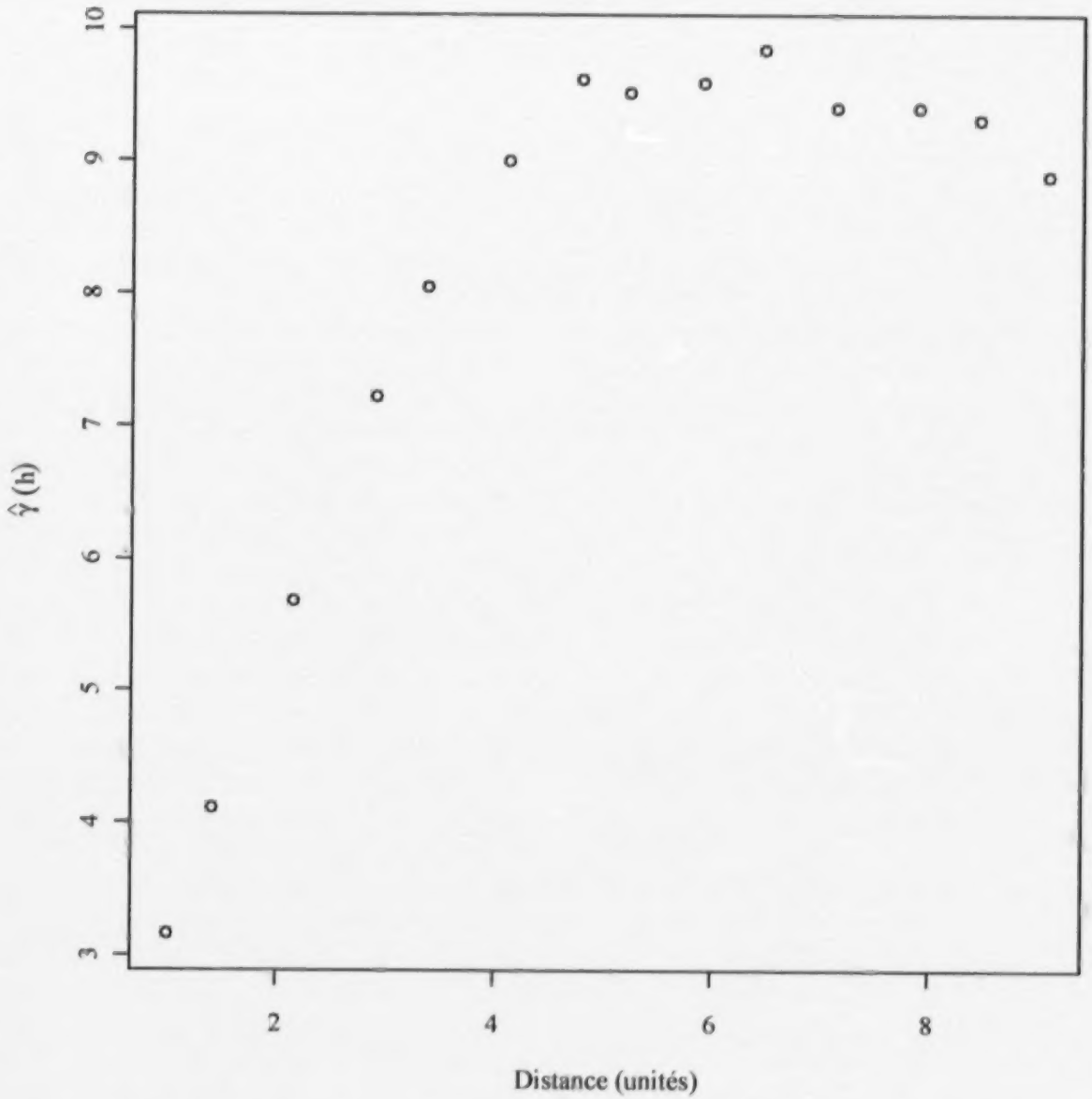


Figure D.10 Variogramme expérimental, ensemble de données n° 3 (données synthétiques dont la tendance a été extraite)

Le variogramme expérimental des données dont la tendance a été extraite[56] comporte maintenant un plateau à ~9,5, un effet de pépite égal à 3 et une portée de ~5 unités.

[56] Il faut souligner que la superposition d'une tendance à l'ensemble de données n° 2 se traduit également par l'ajout d'une certaine variation aléatoire autour de la surface tendancielle. Ainsi, le variogramme expérimental des données dont la tendance a été extraite (figure D.10) n'est pas identique à celui obtenu pour les données originelles (ensemble de données n° 2).

Étape 3 – Détection de l'anisotropie

On peut utiliser des variogrammes directionnels pour détecter l'anisotropie. Il peut s'agir de graphiques distincts, mais certains logiciels (comme ArcGIS Geostatistical Analyst) créent des variogrammes directionnels en « temps réel » par rotation d'un angle. La figure D.11 présente des variogrammes pour des angles de 0°, 45°, 90° et 135°. Il est à noter qu'il est inutile de créer des variogrammes directionnels supplémentaires pour les angles se situant entre 180° et 360°, étant donné la symétrie de $\hat{\gamma}(h)$.

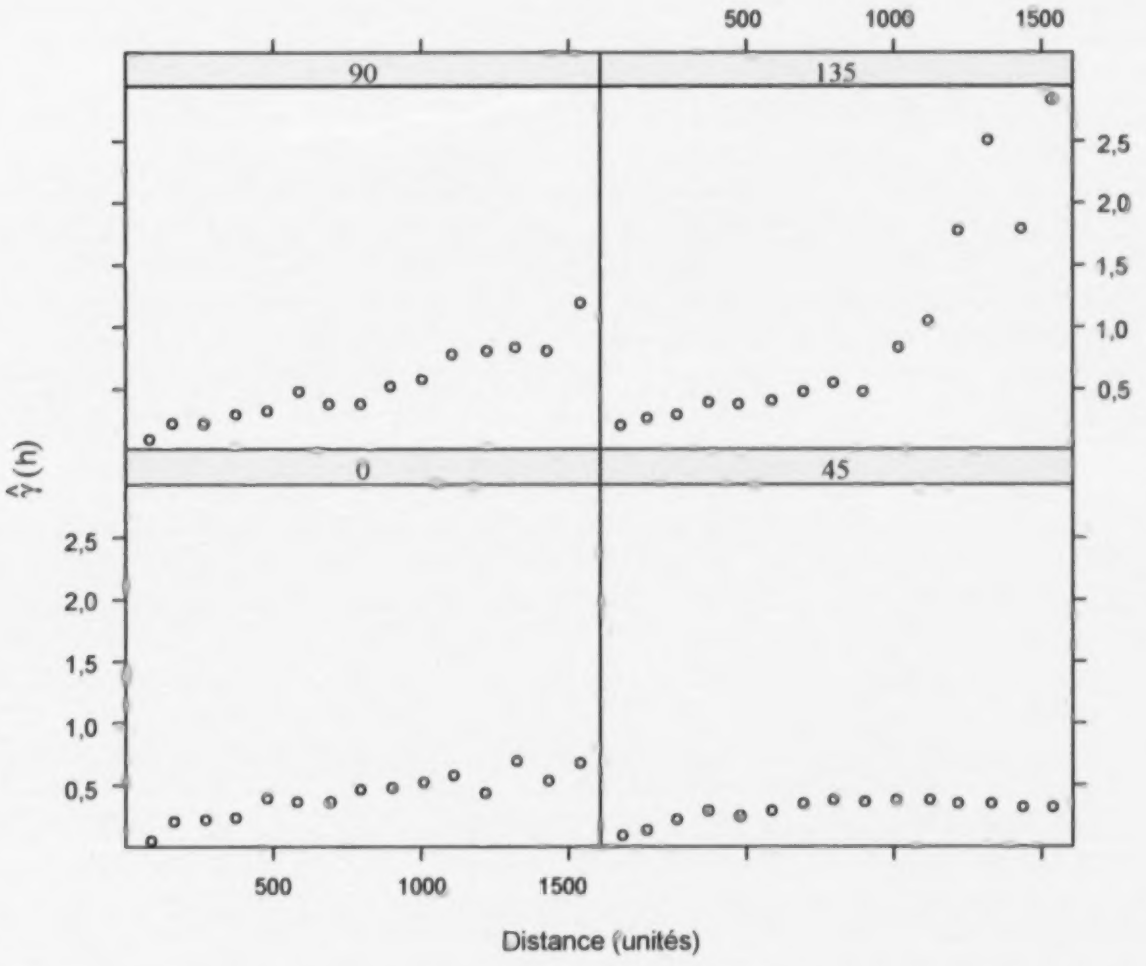


Figure D.11 Variogrammes expérimentaux directionnels, ensemble de données n° 1 (teneur en Zn du sol)

Les variogrammes expérimentaux directionnels de l'ensemble de données sur la teneur en Zn du sol varient considérablement en fonction de l'orientation. À cette étape, on devrait consulter un statisticien, étant donné qu'il est clair que l'hypothèse d'isotropie nécessaire au krigeage n'est pas satisfaite. En conséquence, la présente étude de cas ne comporte aucun autre examen de cet ensemble de données.

L'étude de cas se poursuit avec l'ensemble de données n° 2 (données synthétiques) utilisé pour les variogrammes expérimentaux (figure D.8) et directionnels (figure D.12).

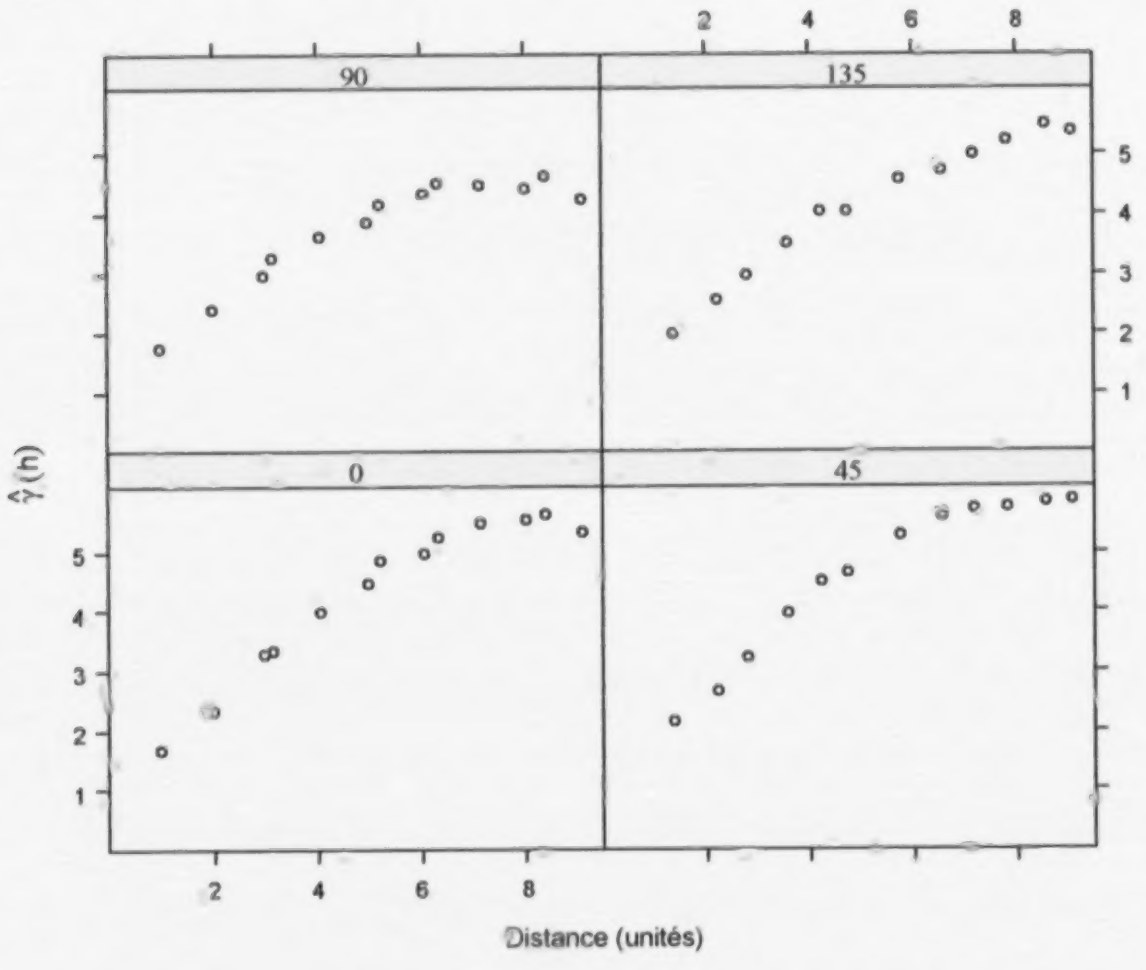


Figure D.12 Variogrammes expérimentaux directionnels, ensemble de données n° 2 (données synthétiques)

Les variogrammes expérimentaux directionnels des données synthétiques se ressemblent pour ce qui est de l'effet de pépite, du plateau et de la portée. L'hypothèse d'isotropie semble satisfaite.

Aucun variogramme directionnel n'est estimé pour les données synthétiques tendancielles (la tendance est évidente), car elles sont de ce fait anisotropes.

La figure D.13 présente les variogrammes expérimentaux directionnels de l'ensemble de données n° 3 (données synthétiques dont la tendance a été extraite).

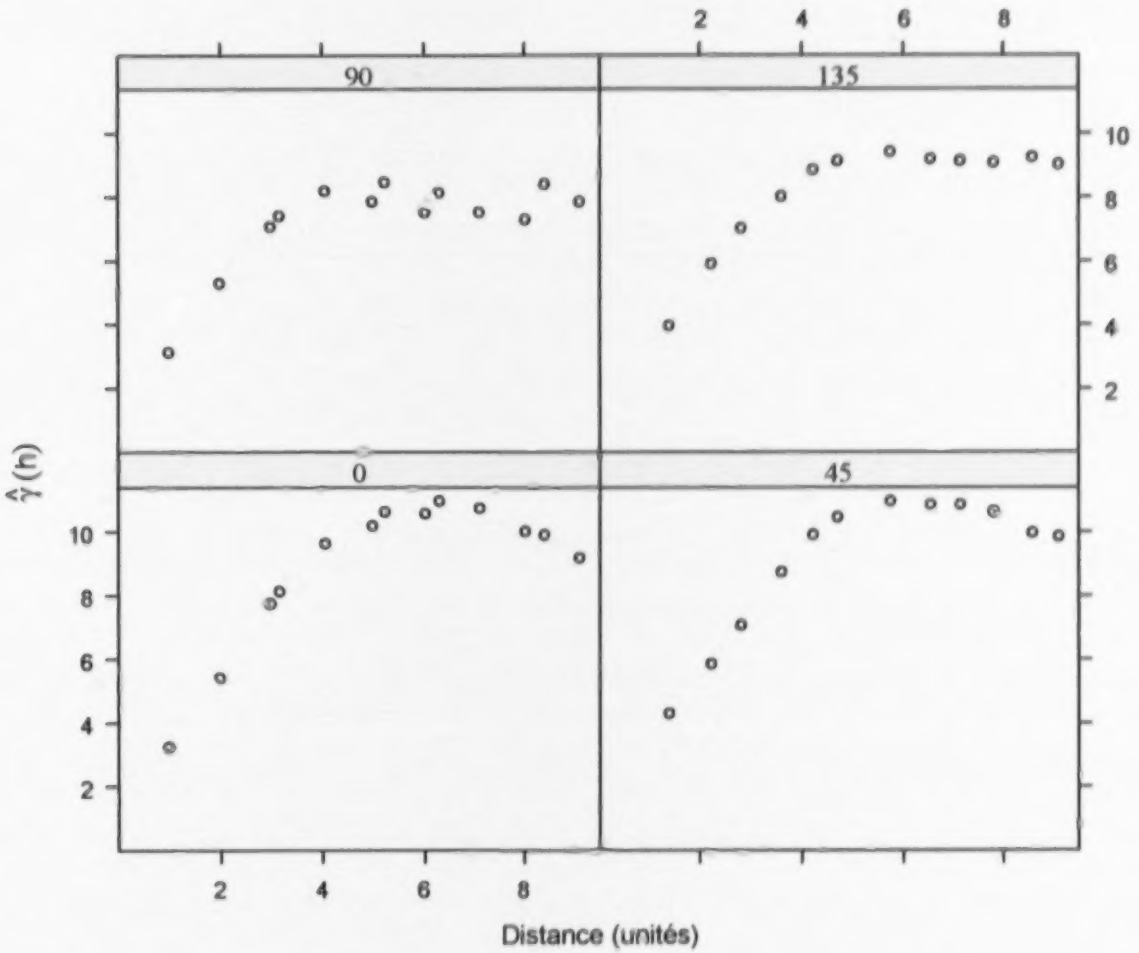


Figure D.13 Variogrammes expérimentaux directionnels, ensemble de données n° 3 (données synthétiques dont la tendance a été extraite)

Les variogrammes expérimentaux directionnels des données synthétiques dont la tendance a été extraite se ressemblent pour ce qui est de l'effet de pépite, du plateau et de la portée. L'hypothèse d'isotropie semble satisfaite.

Étapes 4 et 5 – Ajustement des variogrammes théoriques
Les variogrammes expérimentaux ont été ajustés pour les deux ensembles de données et ont servi aux estimations initiales de l'effet de pépite, du plateau et de la portée. Selon le logiciel utilisé, on pourrait avoir besoin de ces estimations initiales pour ajuster un variogramme théorique (v. figure D.14).

Conseil pratique : Si l'algorithme d'ajustement des variogrammes affiche un message tel que « échec de convergence », les estimations initiales des paramètres peuvent être erronées ou trop éloignées des valeurs vraies. Il faudrait essayer plusieurs combinaisons de valeurs initiales.

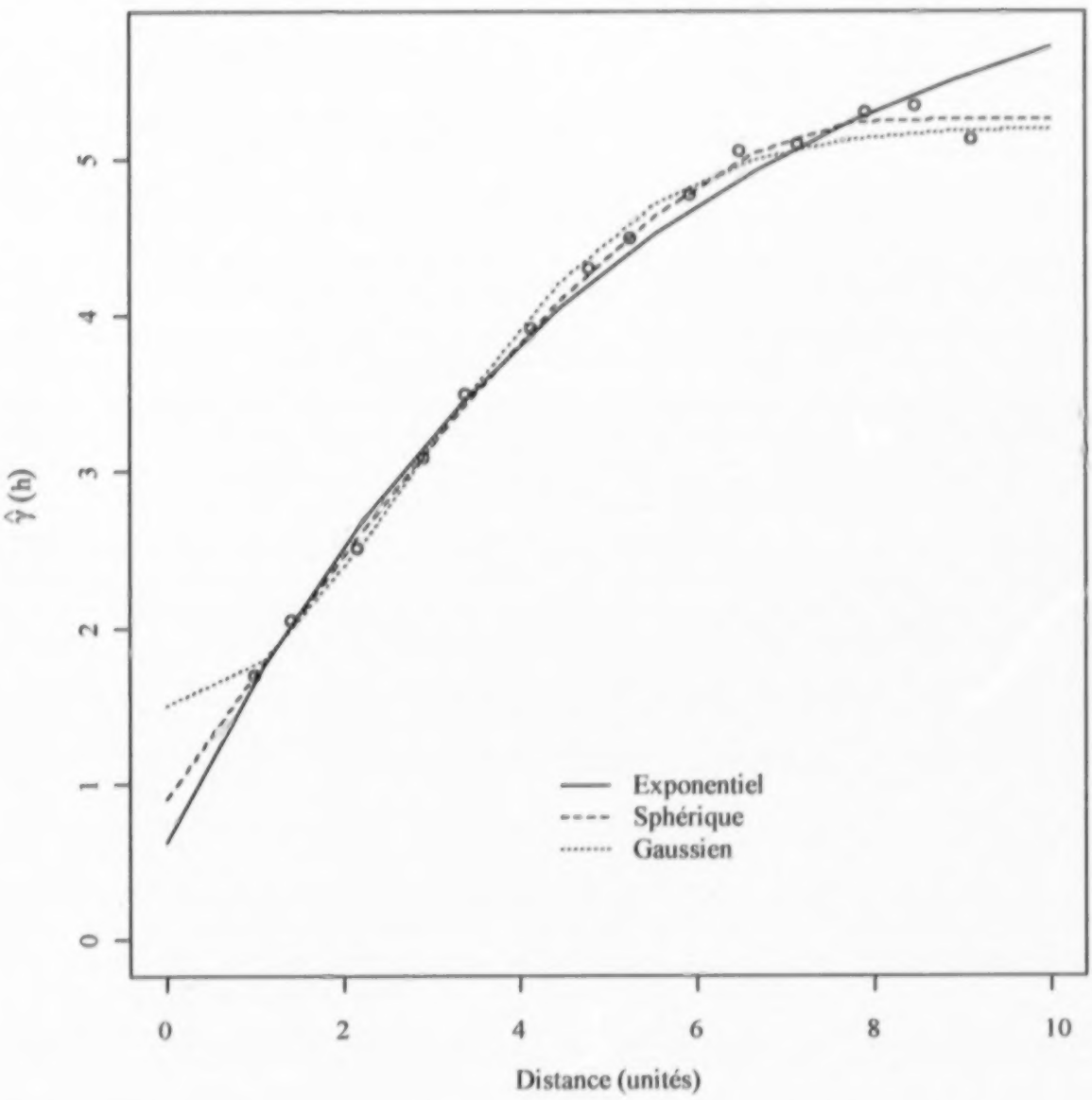


Figure D.14 Variogrammes théoriques ajustés, ensemble de données n° 2 (données synthétiques)

La figure ci-dessus porte à croire que c'est une structure de covariance sphérique (variogramme sphérique) qui décrit le mieux l'ensemble de données. Cette constatation est gratifiante, étant donné que les données ont été simulées à l'aide de cette structure!

Étapes 6 et 7 – Ajustement et utilisation du modèle krigé (à l'aide de l'ensemble de données n° 2, données synthétiques)

Le logiciel utilisé pour le krigeage produira diverses données de sortie, dont une carte des réponses ajustées, des erreurs types de prédiction et certains critères objectifs pouvant être employés pour choisir parmi divers modèles possibles. Dans le cas simple décrit ici, où les réponses biologiques mesurées ne varient qu'en fonction des coordonnées en x et y, le choix du modèle de variogramme constitue la seule entrée utilisateur possible quant à la structure du modèle.

Même si les données ont été simulées à l'aide d'une structure de covariance sphérique (variogramme sphérique), il faut prétendre ignorer ce fait à ce moment-ci et ajuster la surface krigée à l'aide du krigeage ordinaire, trois fois, en supposant une structure de covariance sphérique, exponentielle et gaussienne (variogrammes théoriques; v. D.1.1).

Tableau D.2 Critères pour le choix du « meilleur » modèle de krigeage

	Critères				
Variogramme théorique	**Erreur moyenne de prédiction**	**Erreur quadratique moyenne de prédiction**	**Erreur moyenne standardisée de prédiction**	**Erreur quadratique moyenne standardisée de prédiction**	**Médiane de la déviation absolue**
Exponentiel	-0,0004276	1,716578847	-0,000142441	0,975897027	1,190025
Sphérique	0,00078189	1,718307818	0,000191322	1,032990888	1,1748353
Gaussien	-0,0001409	1,761149643	-4,95E-05	0,917285562	1,2196648
Valeur « souhaitable »	Proche de zéro	La plus petite possible	Proche de zéro	Proche de un	La plus petite possible

Dans cet exemple, étant donné que la seule entrée utilisateur est le choix du variogramme théorique, le tableau qui précède pourrait s'intituler, en fait, « Critères pour le choix du meilleur variogramme ». En gardant à l'esprit ce tableau ainsi que la figure D.14, il est évident que le variogramme gaussien ne décrit pas la structure de covariance des données aussi bien que les variogrammes sphérique et exponentiel. Les critères objectifs pourraient porter à croire que le variogramme sphérique a un meilleur rendement que l'exponentiel, et c'est ce que confirme la figure D.14.

Étape 8 – Représentation graphique de l'erreur type de prédiction

Le modèle de krigeage permet de « prédire » la réponse biologique à des endroits non mesurés. Toutefois, il est important de souligner que les valeurs prévues ne peuvent servir à prédire la valeur de quelque chose qui n'a pas été mesuré. Ainsi, on pourrait rater des points chauds de toxicité dont l'échelle est plus petite que celle de l'échantillonnage, même si une surface krigée indique qu'ils ont tous été détectés.

La figure D.15, dressée à une échelle beaucoup plus petite que celle mesurée, a été créée à l'aide du krigeage ordinaire selon l'hypothèse d'une covariance sphérique.

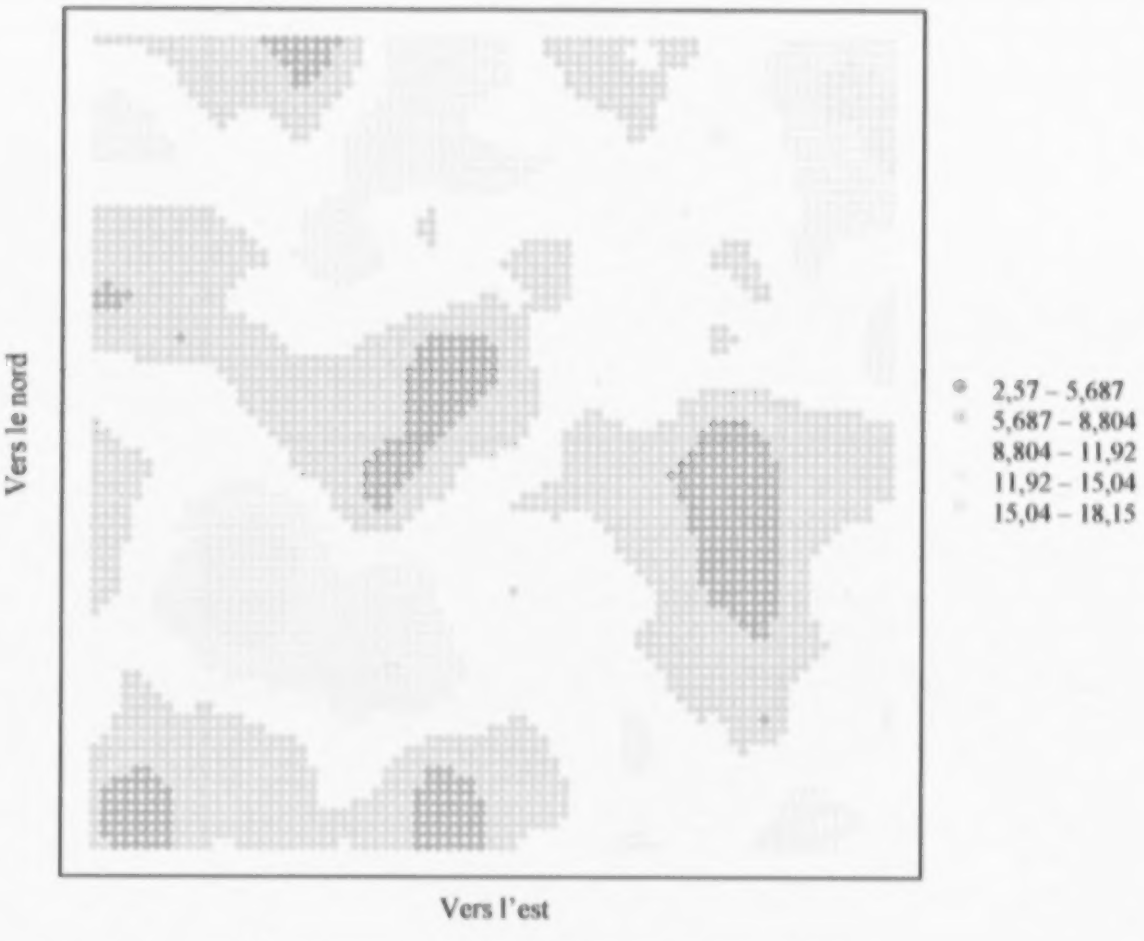


Figure D.15 Surface krigée, ensemble de données n° 2 (données synthétiques)

La surface krigée reproduit l'information présentée dans le graphique des données brutes et permet des prédictions pour les emplacements non échantillonnés (voir cependant la mise en garde ci-dessus). Cette surface krigée simple peut servir aux fins suivantes :

1. prédire une réponse à un endroit précis;
2. examiner les zones où la variance d'une valeur prévue atteint un niveau élevé inacceptable (v. figure D.16);
3. repérer les zones délimitées par une réponse inacceptable.

On peut prévoir, à l'aide du modèle krigé ajusté, une réponse à un emplacement non échantillonné. La façon la plus pratique de procéder consiste à utiliser le logiciel de modélisation et l'option appropriée, tous deux étant assortis[57] des erreurs types de prédiction quant aux valeurs ainsi obtenues. En retenant l'hypothèse de normalité, on peut calculer à l'aide de la formule habituelle l'intervalle de confiance connexe à ces valeurs.

[57] Cet énoncé se fonde sur l'expérience tirée de l'utilisation des logiciels suivants : ArcGIS Geostatistical Analyst, Surfer et S-plus Spatial Stats, de même que des bibliothèques R, dont « spatial », « gstat » et « geoR ».

On peut aussi se servir de graphiques pour évaluer visuellement les erreurs de prédiction pour des sous-zones. Dans la figure D.16, on reprend l'exemple des teneurs en Zn du sol (ensemble de données n° 1), car l'ensemble de données synthétiques confère à l'erreur type de prédiction de la surface krigée une régularité qui ne présente aucun intérêt aux fins du présent exemple.

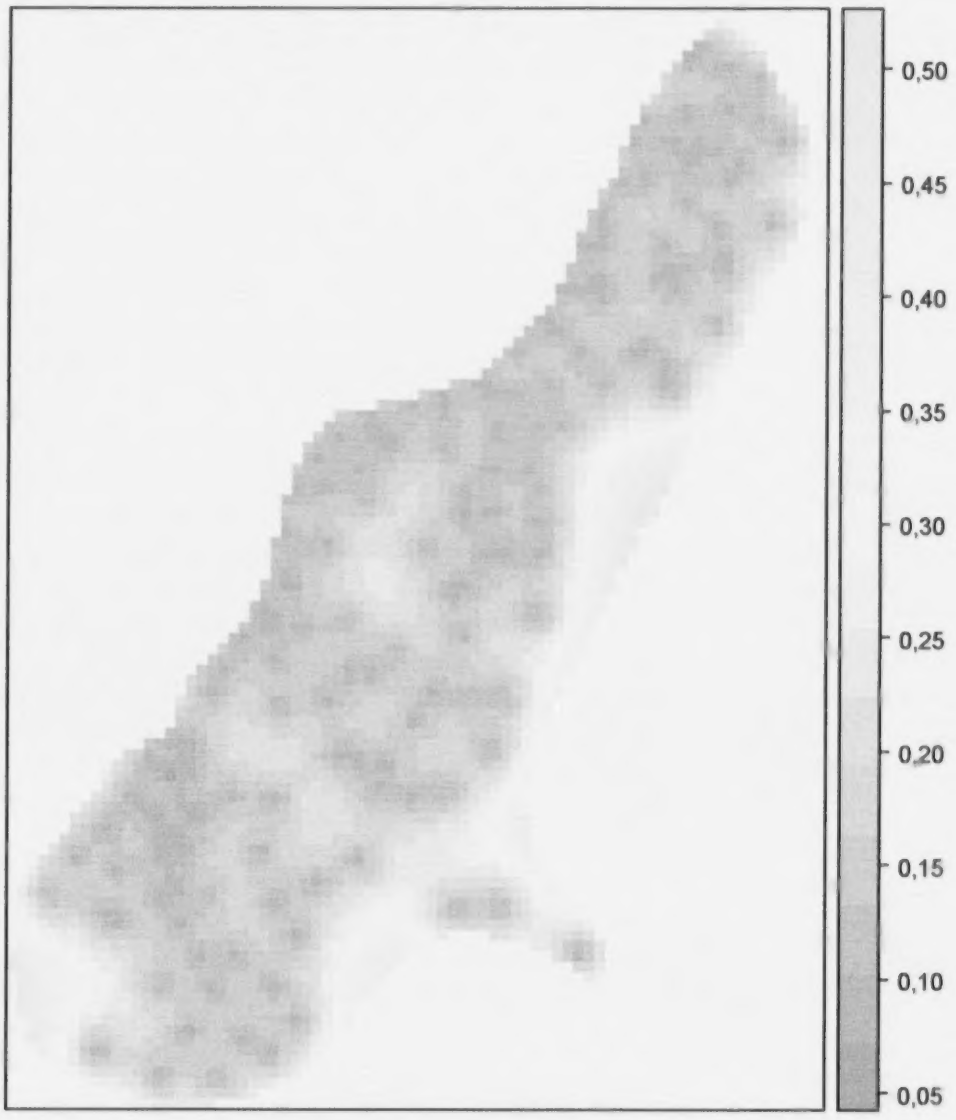


Figure D.16 Erreurs types de prédiction de la surface krigée, ensemble de données n° 1 (teneur en Zn du sol)

La figure D.16 montre que l'erreur type la plus basse est de 0,05, alors que la plus élevée est de >0,40, ce qui signifie un écart de 8 ordres de grandeur entre les erreurs types de prédiction pour la zone où la teneur en Zn du sol a été mesurée. Un tel écart a des répercussions sur le processus décisionnel, car les prédictions relatives à certaines portions de la zone d'étude sont plus précises que d'autres. Si le processus décisionnel se fonde sur les réponses dans les zones où les prédictions sont moins précises, il pourrait être justifié de procéder à un échantillonnage supplémentaire. On devrait consulter la sous-section 3.3.5.1 pour une analyse de la précision et des erreurs de décision.

La figure D.17 montre qu'on peut utiliser un modèle ajusté pour délimiter des zones. On utilise dans cet exemple l'ensemble de données n° 3. Les couleurs permettent de coder les réponses biologiques comme suit :

- <25 = inacceptable (rouge)
- 25-50 = préoccupant (orange)
- 50-70 = peu préoccupant (jaune)
- >70 = non préoccupant (vert)

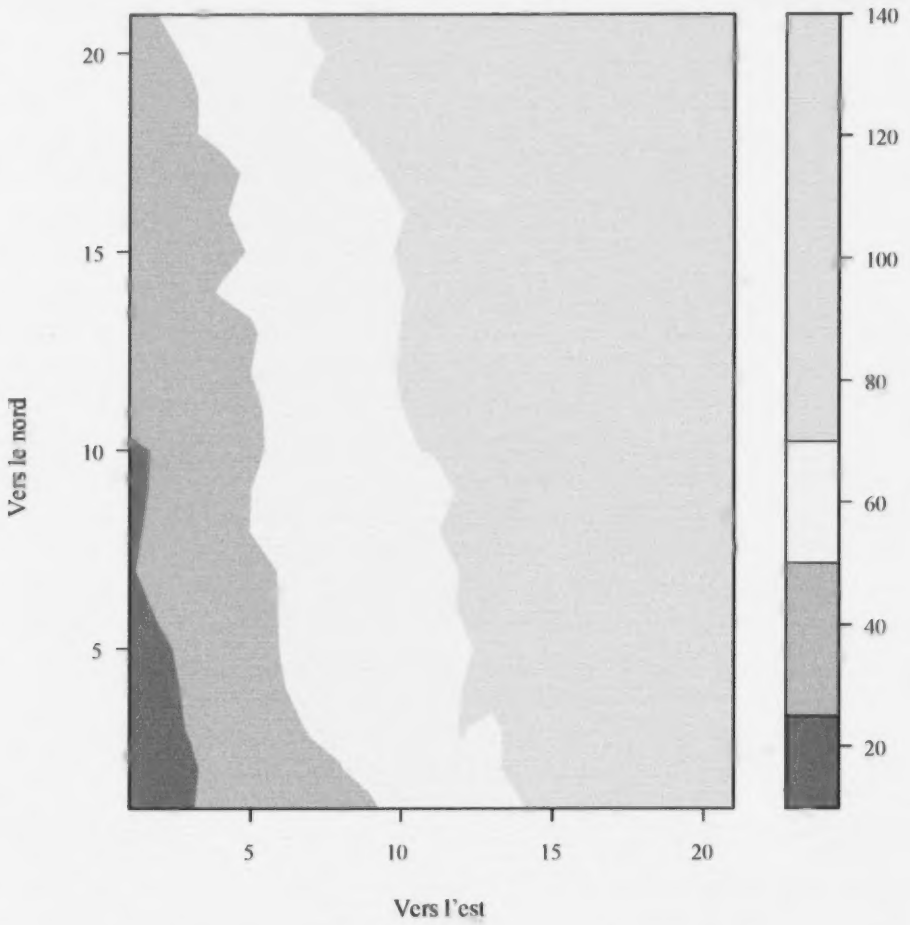


Figure D.17 Isolignes d'une surface krigée destinée à éclairer le processus décisionnel (ensemble de données n° 3)

D'après les critères fournis quant à la réponse biologique, la figure D.17 porte à croire que la réponse est inacceptable dans seulement une petite portion de la zone vers le sud-ouest.

Tableau D.3 Ensemble de données n° 1

x = coordonnée en x
y = coordonnée en y
Zn = concentration de Zn utilisée pour le krigeage
lzinc.res = concentration de Zn (valeurs modifiées pour créer les figures D.4, D.7 et D.11)

x	y	Zn	lzinc.res	x	y	Zn	lzinc.res
181072	333611	1022	0,748343	180561	332193	167	-0,61027
181025	333558	1141	0,849048	180451	332175	176	-0,64985
181165	333537	640	0,417017	180410	332031	258	-0,21109
181298	333484	257	-0,33471	180355	332299	746	0,621832
181307	333330	269	-0,17894	180292	332157	746	0,65601
181390	333260	281	-0,01066	180283	332014	464	0,267037
181165	333370	346	-0,0878	180282	331861	365	0,127077
181027	333363	406	-0,05368	180270	331707	282	-0,04062
181060	333231	347	-0,09241	180199	331591	375	0,253857
181232	333168	183	-0,52813	180135	331552	222	-0,30513
181191	333115	189	-0,49963	180237	332351	812	0,560778
181032	333031	251	-0,31075	180103	332297	1548	1,115001
180874	333339	1096	0,810642	179973	332255	1839	1,192125
180969	333252	504	0,180988	179826	332217	1528	0,893024
181011	333161	326	-0,15494	179687	332161	933	0,305314
180830	333246	1032	0,770268	179792	332035	432	-0,28228
180763	333104	606	0,268292	179902	332113	550	0,011684
180694	332972	711	0,449992	180100	332213	1571	1,182351
180625	332847	735	0,500478	179604	332059	1190	0,537496
180555	332707	1052	0,885298	179526	331936	907	0,273393
180642	332708	673	0,520151	179495	331770	761	0,178141
180704	332717	402	0,05751	179489	331633	659	0,118974
180704	332664	343	-0,06623	179414	331494	643	0,115253
181153	332925	218	-0,26741	179334	331366	801	0,343841
181147	332823	200	-0,29194	179255	331264	784	0,315048
181167	332778	194	-0,2738	179470	331125	1060	0,911576
181008	332777	207	-0,35854	179692	330933	119	-0,93882
180973	332687	180	-0,47198	179852	330801	778	1,177099
180916	332753	240	-0,28172	179140	330955	703	0,301245
181352	332946	180	-0,28474	179128	330867	676	0,308817
181133	332570	208	-0,09898	179065	330864	793	0,410891
180878	332489	198	-0,33577	179007	330727	685	0,300089
180829	332450	250	-0,12315	179110	330758	593	0,232742
180954	332399	192	-0,23533	179032	330645	549	0,15651
180956	332318	213	-0,07618	179095	330636	680	0,43598
180710	332330	321	0,09357	179058	330510	539	0,251791
180632	332445	569	0,516404	178810	330666	560	-0,0473

x	y	Zn	lzinc.res	x	y	Zn	lzinc.res
180530	332538	833	0,73979	178912	330779	1136	0,681844
180478	332578	906	0,748256	178981	330924	1383	0,848099
180383	332476	1454	1,198829	179076	331005	1161	0,709446
180494	332330	298	-0,1849	180151	330353	1672	2,520367
179211	331175	765	0,30767	180862	333116	415	-0,02467
181118	333214	279	-0,24449	180700	332882	474	0,109592
179474	331304	241	-0,684	180201	331160	126	-0,55046
179559	331423	317	-0,40811	180173	331923	210	-0,56964
179022	330873	545	-0,01072	180923	332874	220	-0,44197
178953	330742	505	-0,0657	180467	331694	133	-0,59743
178875	330516	420	-0,17457	179917	331325	141	-0,81526
178803	330349	332	-0,36752	179822	331242	158	-0,73642
179029	330394	400	0,002689	179991	331069	129	-0,66532
178605	330406	553	-0,08202	179120	330578	206	-0,69633
178701	330557	577	-0,04847	179034	330561	451	0,017205
179547	330245	155	-0,3575	179085	330433	296	-0,27123
179301	330179	224	-0,17819	179236	330046	189	-0,32175
179405	330567	180	-0,55466	179456	330072	154	-0,3358
179462	330766	226	-0,40455	179550	329940	169	-0,0669
179293	330797	186	-0,77951	179445	329807	403	0,79068
179180	330710	198	-0,76636	179337	329870	471	0,802963
179206	330398	187	-0,59304	179245	329714	612	1,080848
179618	330458	199	-0,18109	179024	329733	601	0,841323
179782	330540	157	-0,31729	178786	329822	783	0,822211
179980	330773	203	-0,02698	179135	329890	258	-0,00303
180067	331185	143	-0,56703	179030	330082	214	-0,41595
180162	331387	136	-0,66075	179184	330182	166	-0,5904
180451	331473	117	-0,59488	179085	330292	496	0,338037
180328	331158	113	-0,53801	178875	330311	342	-0,24472
180276	330963	130	-0,31832	179466	330381	162	-0,47963
180114	330803	192	0,024143	180627	330190	375	1,582918
179881	330912	240	-0,04484	179797	331919	139	-1,33496
179774	330921	221	-0,23437	179642	331955	253	-0,90628
179657	331150	140	-0,95259	179849	332142	703	0,187898
179731	331245	128	-1,03496	180265	332297	832	0,647208
179717	331441	166	-0,91759	180107	332101	262	-0,52824
179446	331422	191	-1,02086	180462	331947	142	-0,70365
179524	331565	232	-0,84706	180478	331822	119	-0,78274
179644	331730	203	-0,97608	180347	331700	152	-0,58126
180321	330366	722	1,83269				
180162	331837	210	-0,52328				
180029	331720	198	-0,63059				

Tableau D.4 Ensemble de données n° 2

x = coordonnée en x
y = coordonnée en y
z = données aléatoires simulées, avec covariance sphérique

x	y	z	x	y	z	x	y	z
1	1	7,17402	2	17	11,14071	4	12	9,765067
1	2	5,629593	2	18	13,07665	4	13	7,831999
1	3	8,062367	2	19	11,36171	4	14	9,305262
1	4	10,67703	2	20	8,34676	4	15	5,279547
1	5	9,743716	2	21	5,747576	4	16	9,045904
1	6	8,824026	3	1	5,774626	4	17	8,74689
1	7	8,452097	3	2	5,840706	4	18	8,656921
1	8	6,516037	3	3	7,474069	4	19	5,884602
1	9	5,090688	3	4	9,067919	4	20	9,343737
1	10	8,840694	3	5	9,43302	4	21	6,069462
1	11	7,403631	3	6	11,20671	5	1	8,848894
1	12	10,43596	3	7	15,21776	5	2	5,421146
1	13	8,430479	3	8	10,37691	5	3	7,630754
1	14	4,037384	3	9	11,98001	5	4	8,972671
1	15	9,072597	3	10	9,698153	5	5	12,65216
1	16	7,806457	3	11	11,73494	5	6	15,66395
1	17	10,96826	3	12	11,48687	5	7	16,62842
1	18	14,14552	3	13	4,389889	5	8	19,14759
1	19	10,80014	3	14	6,79473	5	9	14,54305
1	20	8,403758	3	15	6,974289	5	10	11,10615
1	21	7,696351	3	16	7,824554	5	11	8,638796
2	1	4,052948	3	17	12,56725	5	12	6,93789
2	2	2,677498	3	18	10,78082	5	13	6,370481
2	3	5,831359	3	19	8,915528	5	14	11,25082
2	4	7,829564	3	20	8,091145	5	15	7,391582
2	5	8,165773	3	21	4,445028	5	16	12,26019
2	6	10,67653	4	1	9,801252	5	17	9,064508
2	7	8,865751	4	2	6,833279	5	18	10,41991
2	8	10,06918	4	3	6,770902	5	19	8,78039
2	9	9,174273	4	4	7,733577	5	20	6,10727
2	10	7,08664	4	5	11,14517	5	21	1,150962
2	11	11,04742	4	6	16,16089	6	1	5,324075
2	12	11,29363	4	7	15,14026	6	2	9,02818
2	13	6,581363	4	8	17,73221	6	3	7,589614
2	14	5,877923	4	9	12,40462	6	4	9,754815
2	15	5,364476	4	10	11,29019	6	5	12,4134
2	16	7,903336	4	11	10,07988	6	6	14,77951

x	y	z	x	y	z	x	y	z
6	7	13,03711	8	7	13,94484	10	7	9,02584
6	8	15,21801	8	8	11,22395	10	8	11,65709
6	9	13,01373	8	9	4,486485	10	9	10,26607
6	10	7,255538	8	10	3,955301	10	10	10,17594
6	11	8,115974	8	11	7,990984	10	11	6,962769
6	12	7,793379	8	12	8,082298	10	12	3,618402
6	13	10,46487	8	13	7,520473	10	13	4,157749
6	14	9,631969	8	14	10,42724	10	14	9,057605
6	15	13,30261	8	15	12,0094	10	15	9,684853
6	16	12,17639	8	16	10,61203	10	16	10,7936
6	17	9,137557	8	17	14,1979	10	17	15,90126
6	18	7,930402	8	18	13,98177	10	18	10,85851
6	19	4,697162	8	19	12,1481	10	19	12,27293
6	20	3,160791	8	20	13,58151	10	20	16,35769
6	21	1,114256	8	21	9,354367	10	21	9,643144
7	1	9,61834	9	1	5,762639	11	1	9,139911
7	2	8,705332	9	2	4,597707	11	2	8,75564
7	3	10,51641	9	3	4,715583	11	3	7,98993
7	4	12,69328	9	4	11,44568	11	4	8,397481
7	5	12,21195	9	5	14,67201	11	5	9,620677
7	6	13,50481	9	6	13,46622	11	6	11,34102
7	7	12,16325	9	7	12,59351	11	7	7,96939
7	8	10,4961	9	8	11,30479	11	8	9,139277
7	9	6,741525	9	9	9,713824	11	9	8,201376
7	10	7,47939	9	10	6,120818	11	10	9,384007
7	11	7,291897	9	11	3,176536	11	11	7,829228
7	12	6,267766	9	12	4,360367	11	12	7,253819
7	13	10,19206	9	13	4,886309	11	13	6,563544
7	14	11,329	9	14	11,38052	11	14	10,05077
7	15	13,31622	9	15	8,841195	11	15	8,381211
7	16	12,36429	9	16	6,792326	11	16	11,01255
7	17	11,88702	9	17	13,15408	11	17	12,53181
7	18	12,35165	9	18	14,62528	11	18	9,714665
7	19	8,317193	9	19	13,35205	11	19	11,91186
7	20	5,669758	9	20	12,39708	11	20	11,56933
7	21	7,234667	9	21	10,94478	11	21	8,608255
8	1	6,034727	10	1	4,062228	12	1	10,68383
8	2	8,543246	10	2	3,223105	12	2	6,387075
8	3	9,507178	10	3	6,85874	12	3	8,571195
8	4	10,87592	10	4	10,48115	12	4	9,798716
8	5	16,33758	10	5	11,3921	12	5	10,89625
8	6	13,39103	10	6	11,27145	12	6	12,06791

x	y	z	x	y	z	x	y	z
12	7	9,059298	14	7	9,889018	16	7	4,057996
12	8	12,81476	14	8	7,415837	16	8	2,338483
12	9	7,378364	14	9	7,002544	16	9	2,105284
12	10	9,61742	14	10	5,317559	16	10	2,617382
12	11	9,362107	14	11	9,213404	16	11	4,27385
12	12	8,948381	14	12	10,3193	16	12	9,734679
12	13	12,27096	14	13	8,990375	16	13	6,760119
12	14	6,736837	14	14	9,017094	16	14	10,64087
12	15	7,03301	14	15	10,16623	16	15	7,646127
12	16	10,11089	14	16	10,70473	16	16	10,8493
12	17	12,03208	14	17	8,587085	16	17	9,263414
12	18	12,28911	14	18	7,456117	16	18	13,32071
12	19	9,394038	14	19	8,383049	16	19	9,627309
12	20	7,659285	14	20	10,15922	16	20	10,1726
12	21	8,877755	14	21	5,572544	16	21	8,248042
13	1	10,97172	15	1	11,26735	17	1	12,96496
13	2	9,963009	15	2	10,1774	17	2	10,43298
13	3	11,39525	15	3	9,991507	17	3	10,35202
13	4	8,583893	15	4	9,085094	17	4	4,025275
13	5	8,230277	15	5	7,374033	17	5	6,989688
13	6	9,721354	15	6	7,464331	17	6	5,520771
13	7	11,85987	15	7	8,114084	17	7	3,882676
13	8	10,9051	15	8	7,828652	17	8	3,571775
13	9	7,926802	15	9	6,701107	17	9	5,005649
13	10	7,331425	15	10	5,420708	17	10	4,785816
13	11	6,153275	15	11	8,725587	17	11	5,848873
13	12	13,25869	15	12	9,476228	17	12	9,456943
13	13	10,60707	15	13	10,65469	17	13	11,53219
13	14	10,12238	15	14	9,641443	17	14	7,258486
13	15	10,38767	15	15	9,758587	17	15	9,06499
13	16	8,722463	15	16	13,04432	17	16	10,39041
13	17	11,23824	15	17	11,77297	17	17	10,45395
13	18	10,85299	15	18	11,20498	17	18	8,92548
13	19	5,800037	15	19	8,923388	17	19	12,3095
13	20	9,196993	15	20	7,981092	17	20	11,57196
13	21	4,098469	15	21	6,800709	17	21	8,932247
14	1	13,40074	16	1	10,12634	18	1	13,01383
14	2	10,40635	16	2	9,878351	18	2	13,83675
14	3	13,02574	16	3	9,707438	18	3	10,77114
14	4	13,51192	16	4	9,503284	18	4	11,34262
14	5	10,55154	16	5	7,817091	18	5	9,789845
14	6	8,377151	16	6	7,78839	18	6	6,413784

x	y	z	x	y	z
18	7	8,580931	20	7	10,10014
18	8	8,420348	20	8	8,269807
18	9	7,181423	20	9	9,953446
18	10	7,280105	20	10	6,126669
18	11	8,145766	20	11	8,503288
18	12	9,673925	20	12	13,8138
18	13	10,80255	20	13	13,81252
18	14	12,26603	20	14	12,06784
18	15	13,8342	20	15	10,89617
18	16	11,97227	20	16	12,09027
18	17	13,01099	20	17	15,1767
18	18	14,54081	20	18	16,26678
18	19	14,24942	20	19	15,23952
18	20	12,63275	20	20	11,74135
18	21	12,95206	20	21	10,47022
19	1	11,82996	21	1	10,30439
19	2	12,56468	21	2	12,98922
19	3	9,560389	21	3	12,20233
19	4	10,05232	21	4	14,43337
19	5	9,609926	21	5	11,1502
19	6	9,583843	21	6	8,087771
19	7	13,27845	21	7	12,45687
19	8	9,562723	21	8	11,92957
19	9	8,656834	21	9	10,23353
19	10	5,439155	21	10	6,834537
19	11	7,029822	21	11	7,755994
19	12	9,9391	21	12	9,191904
19	13	11,01701	21	13	12,46046
19	14	11,05188	21	14	14,2694
19	15	9,861147	21	15	10,80741
19	16	14,43699	21	16	14,06963
19	17	13,69388	21	17	16,57438
19	18	14,51492	21	18	13,89543
19	19	17,21243	21	19	13,32699
19	20	14,12771	21	20	13,53778
19	21	10,96515	21	21	12,36474
20	1	10,59469			
20	2	11,25239			
20	3	10,72673			
20	4	12,30146			
20	5	11,35743			
20	6	12,13873			

Tableau D.5 Ensemble de données n° 3

x = coordonnée en x
y = coordonnée en y
z = données aléatoires simulées, avec covariance sphérique et tendance superposée

x	y	z	x	y	z	x	y	z
1	1	14,02039	2	17	91,28708	4	13	72,57837
1	2	16,97596	2	18	97,72302	4	14	78,55163
1	3	23,90873	2	19	100,5081	4	15	79,02591
1	4	31,0234	2	20	101,9931	4	16	87,29227
1	5	34,59008	3	1	15,22099	4	17	91,49326
1	6	38,17039	3	2	19,78707	4	18	95,90329
1	7	42,29846	3	3	25,92044	4	19	97,63097
1	8	44,8624	3	4	32,01429	4	20	105,5901
1	9	47,93706	3	5	36,87939	4	21	106,8158
1	10	56,18706	3	6	43,15308	5	1	20,89526
1	11	59,25	3	7	51,66412	5	2	21,96751
1	12	66,78233	3	8	51,32327	5	3	28,67712
1	13	69,27685	3	9	57,42637	5	4	34,51904
1	14	69,38375	3	10	59,64452	5	5	42,69853
1	15	78,91896	3	11	66,1813	5	6	50,21031
1	16	82,15282	3	12	70,43323	5	7	55,67478
1	17	89,81462	3	13	67,83626	5	8	62,69396
1	18	97,49189	3	14	74,7411	5	9	62,58942
1	19	98,64651	3	15	79,42066	5	10	63,65252
1	20	100,7501	3	16	84,77092	5	11	65,68516
1	21	104,5427	3	17	94,01362	5	12	68,48426
2	1	12,19931	3	18	96,72719	5	13	72,41685
2	2	15,32386	3	19	99,36189	5	14	81,79719
2	3	22,97773	3	20	103,0375	5	15	82,43795
2	4	29,47593	3	21	103,8914	5	16	91,80655
2	5	34,31214	4	1	20,54762	5	17	93,11088
2	6	41,3229	4	2	22,07965	5	18	98,96628
2	7	44,01212	4	3	26,51727	5	19	101,8268
2	8	49,71555	4	4	31,97994	5	20	103,6536
2	9	53,32064	4	5	39,89154	5	21	103,1973
2	10	55,73301	4	6	49,40726	6	1	18,67044
2	11	64,19378	4	7	52,88663	6	2	26,87455
2	12	68,94	4	8	59,97857	6	3	29,93598
2	13	68,72773	4	9	59,15098	6	4	36,60118
2	14	72,52429	4	10	62,53656	6	5	43,75977
2	15	76,51084	4	11	65,82625	6	6	50,62588
2	16	83,5497	4	12	70,01143	6	7	53,38348

x	y	z	x	y	z	x	y	z
6	8	60,06437	8	8	58,67032	10	8	61,70345
6	9	62,3601	8	9	56,43285	10	9	64,81244
6	10	61,10191	8	10	60,40167	10	10	69,22231
6	11	66,46234	8	11	68,93735	10	11	70,50914
6	12	70,63975	8	12	73,52867	10	12	71,66477
6	13	77,81123	8	13	77,46684	10	13	76,70412
6	14	81,47834	8	14	84,87361	10	14	86,10397
6	15	89,64898	8	15	90,95577	10	15	91,23122
6	16	93,02276	8	16	94,0584	10	16	96,83996
6	17	94,48392	8	17	102,1443	10	17	106,4476
6	18	97,77677	8	18	106,4281	10	18	105,9049
6	19	99,04353	8	19	109,0945	10	19	111,8193
6	20	102,0072	8	20	115,0279	10	20	120,4041
6	21	104,4606	8	21	115,3007	10	21	118,1895
7	1	24,26471	9	1	23,00901	11	1	28,98628
7	2	27,8517	9	2	26,34407	11	2	33,10201
7	3	34,16278	9	3	30,96195	11	3	36,8363
7	4	40,83964	9	4	42,19205	11	4	41,74385
7	5	44,85831	9	5	49,91837	11	5	47,46704
7	6	50,65118	9	6	53,21259	11	6	53,68738
7	7	53,80961	9	7	56,83988	11	7	54,81576
7	8	56,64247	9	8	60,05115	11	8	60,48564
7	9	57,38789	9	9	62,96019	11	9	64,04774
7	10	62,62576	9	10	63,86718	11	10	69,73037
7	11	66,93826	9	11	65,4229	11	11	72,6756
7	12	70,41413	9	12	71,10673	11	12	76,60019
7	13	78,83842	9	13	76,13268	11	13	80,40991
7	14	84,47536	9	14	87,12689	11	14	88,39714
7	15	90,96259	9	15	89,08756	11	15	91,22758
7	16	94,51066	9	16	91,53869	11	16	98,35891
7	17	98,53339	9	17	102,4004	11	17	104,3782
7	18	103,498	9	18	108,3716	11	18	106,061
7	19	103,9636	9	19	111,5984	11	19	112,7582
7	20	105,8161	9	20	115,1434	11	20	116,9157
7	21	111,881	9	21	118,1911	11	21	118,4546
8	1	21,98109	10	1	22,60859	12	1	31,8302
8	2	28,98961	10	2	26,26947	12	2	32,03344
8	3	34,45355	10	3	34,40511	12	3	38,71756
8	4	40,32229	10	4	42,52752	12	4	44,44508
8	5	50,28394	10	5	47,93847	12	5	50,04262
8	6	51,8374	10	6	52,31781	12	6	55,71428
8	7	56,89121	10	7	54,57221	12	7	57,20566

x	y	z	x	y	z	x	y	z
12	8	65,46113	14	8	62,6622	16	8	60,18485
12	9	64,52473	14	9	66,74891	16	9	64,45165
12	10	71,26379	14	10	69,56393	16	10	69,46375
12	11	75,50847	14	11	77,95977	16	11	75,62022
12	12	79,59475	14	12	83,56567	16	12	85,58105
12	13	87,41733	14	13	86,73674	16	13	87,10649
12	14	86,3832	14	14	91,26346	16	14	95,48724
12	15	91,17938	14	15	96,9126	16	15	96,99249
12	16	98,75726	14	16	101,9511	16	16	104,6957
12	17	105,1784	14	17	104,3335	16	17	107,6098
12	18	109,9355	14	18	107,7025	16	18	116,1671
12	19	111,5404	14	19	113,1294	16	19	116,9737
12	20	114,3057	14	20	119,4056	16	20	122,019
12	21	120,0241	14	21	119,3189	16	21	124,5944
13	1	33,41809	15	1	36,31372	17	1	40,61133
13	2	36,90938	15	2	39,72377	17	2	42,57934
13	3	42,84161	15	3	44,03787	17	3	46,99838
13	4	44,53026	15	4	47,63146	17	4	45,17164
13	5	48,67664	15	5	50,4204	17	5	52,63606
13	6	54,66772	15	6	55,0107	17	6	55,66714
13	7	61,30624	15	7	60,16045	17	7	58,52904
13	8	64,85147	15	8	64,37502	17	8	62,71814
13	9	66,37317	15	9	67,74747	17	9	68,65202
13	10	70,27779	15	10	70,96707	17	10	72,93218
13	11	73,59964	15	11	78,77195	17	11	78,49524
13	12	85,20506	15	12	84,0226	17	12	86,60331
13	13	87,05343	15	13	89,70105	17	13	93,17855
13	14	91,06875	15	14	93,18781	17	14	93,40485
13	15	95,83403	15	15	97,80495	17	15	99,71136
13	16	98,66883	15	16	105,5907	17	16	105,5368
13	17	105,6846	15	17	108,8193	17	17	110,1003
13	18	109,7994	15	18	112,7513	17	18	113,0718
13	19	109,2464	15	19	114,9698	17	19	120,9559
13	20	117,1434	15	20	118,5275	17	20	124,7183
13	21	116,5448	15	21	121,8471	17	21	126,5786
14	1	37,1471	16	1	36,47271	18	1	41,9602
14	2	38,65271	16	2	40,72472	18	2	47,28312
14	3	45,77211	16	3	45,05381	18	3	48,71751
14	4	50,75828	16	4	49,34965	18	4	53,78899
14	5	52,2979	16	5	52,16346	18	5	56,73621
14	6	54,62352	16	6	56,63476	18	6	57,86015
14	7	60,63538	16	7	57,40436	18	7	64,5273

x	y	z	x	y	z
18	8	68,86672	20	8	71,31617
18	9	72,12779	20	9	77,49981
18	10	76,72647	20	10	78,17304
18	11	82,09213	20	11	85,04965
18	12	88,12029	20	12	94,86017
18	13	93,74891	20	13	99,35889
18	14	99,7124	20	14	102,1142
18	15	105,7806	20	15	105,4425
18	16	108,4186	20	16	111,1366
18	17	113,9574	20	17	118,7231
18	18	119,9872	20	18	124,3131
18	19	124,1958	20	19	127,7859
18	20	127,0791	20	20	128,7877
18	21	131,8984	20	21	132,0166
19	1	42,07633	21	1	43,15076
19	2	47,31105	21	2	50,33558
19	3	48,80676	21	3	54,0487
19	4	53,79869	21	4	60,77974
19	5	57,85629	21	5	61,99657
19	6	62,33021	21	6	63,43414
19	7	70,52481	21	7	72,30323
19	8	71,30909	21	8	76,27594
19	9	74,9032	21	9	79,0799
19	10	76,18552	21	10	80,1809
19	11	82,27619	21	11	85,60236
19	12	89,68547	21	12	91,53827
19	13	95,26337	21	13	99,30682
19	14	99,79825	21	14	105,6158
19	15	103,1075	21	15	106,6538
19	16	112,1834	21	16	114,416
19	17	115,9402	21	17	121,4207
19	18	121,2613	21	18	123,2418
19	19	128,4588	21	19	127,1734
19	20	129,8741	21	20	131,8841
19	21	131,2115	21	21	135,2111
20	1	42,14106			
20	2	47,29876			
20	3	51,2731			
20	4	57,34783			
20	5	60,9038			
20	6	66,18509			
20	7	68,64651			

Annexe E

Classification des sols

E.1 Le Système canadien de classification des sols

À l'instar des plantes et des animaux, les sols sont identifiés et classés selon un système taxinomique hiérarchique. Le principe selon lequel les propriétés du sol (paramètres chimiques et physiques) reflètent l'action et l'interaction des processus de pédogenèse (v. 3.6.1) dans le temps a vu le jour dans la deuxième moitié du XIX^{e} siècle en Russie et aux États-Unis. Ce principe permet de classer et de grouper les sols en fonction de leurs propriétés et non des seuls facteurs environnementaux dont ils subissent l'influence (p. ex., la végétation).

Au Canada, la première prospection pédologique a été réalisée en Ontario en 1914. Dès 1949, on avait déjà procédé à une certaine forme de reconnaissance des sols dans la plupart des provinces et territoires du pays. Même si les sols avaient été classés lors de ces études, aucun système de classification n'avait été normalisé à l'échelle du pays. Au cours de sa première réunion, en 1945, le Comité national sur la prospection pédologique a reconnu la nécessité d'instaurer un tel système. À sa réunion de 1955, il présentait le premier système de taxinomie pour la classification des sols. L'actuel Système canadien de classification des sols (SCCS), tel qu'il a été défini par le Groupe de travail sur la classification des sols en 1998, est une version révisée de ce premier système (AAC, 1998).

E.1.1 Taxinomie des sols

La taxinomie (on dit aussi « taxonomie »), qui est la science des lois de la classification, sert à grouper ou à catégoriser des individus présentant des caractéristiques semblables. La classification et la taxinomie des sols tiennent compte des différences tant quantitatives que qualitatives des propriétés physiques et/ou chimiques des sols. Dans le SCCS, les taxons sont classés selon un ordre croissant de spécificité, soit l'ordre, le grand groupe, le sous-groupe, la famille et la série.

Chaque ordre de sols reflète les effets des processus de pédogenèse et/ou des facteurs environnementaux dominants (v. 3.6.1). Le grand groupe tient compte des différences entre les sols d'un ordre et se fonde sur la force des processus de pédogenèse dominants et/ou sur l'effet (il peut y en avoir plus d'un) d'un processus de pédogenèse non dominant. Les sols d'un grand groupe sont divisés en sous-groupes, selon le type et la disposition des horizons pédologiques, et chaque sous-groupe peut être divisé en familles d'après les caractéristiques du matériau parental. Le dernier taxon, qui est aussi le plus spécifique, est la série de sols.

Dans le SCCS, les sols d'une série ont « un même nombre et arrangement d'horizons dont la couleur, la texture, la structure, la consistance, l'épaisseur, la réaction ou des combinaisons de ces propriétés [...] se maintiennent à l'intérieur d'une étendue définie » (AAC, 1998). Ils portent un nom précis habituellement en lien avec une région géographique; ce nom est représentatif de toutes les caractéristiques d'un sol donné. À l'échelle locale, une série de sols est associée au profil et à la classification du sol, de même qu'à l'emplacement de ce profil par rapport au paysage.

E.1.2 Pédon

Il est généralement admis qu'un pédon est la plus petite unité tridimensionnelle pouvant être considérée comme un sol. Dans le SCCS (AAC, 1998), les dimensions latérales d'un pédon sont définies d'après les horizons génétiques du sol. Ainsi, les « dimensions latérales d'un pédon sont d'un mètre, lorsque la variation ordonnée des horizons génétiques peut être échantillonnée à l'intérieur de cette limite ou lorsque ces horizons sont peu nombreux et faiblement exprimés. Lorsque de tels horizons sont cycliques ou intermittents et qu'ils se répètent sur une distance latérale de deux à sept mètres, les dimensions latérales du pédon sont la demi-longueur du cycle (de 1 à 3,5 m). La dimension verticale du pédon s'étend jusqu'à la profondeur de la coupe témoin. [...] En général pour les sols

minéraux, la coupe témoin s'étend de la surface du sol minéral jusqu'à 25 cm au-dessous de la limite supérieure du C ou du IIC, du pergélisol, ou jusqu'à une profondeur maximale de deux mètres, suivant laquelle est la moindre ». Il existe toutefois des exceptions, qui sont décrites dans AAC (1998).

Les figures E.1 et E.2, qui ont été reproduites avec la permission des Presses scientifiques du Conseil national de recherches du Canada (AAC, 1998), illustrent deux pédons.

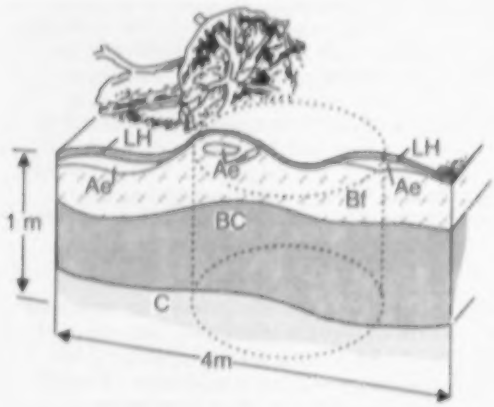


Figure E.1 Pédon d'un sol podzolique dans un terrain bosselé

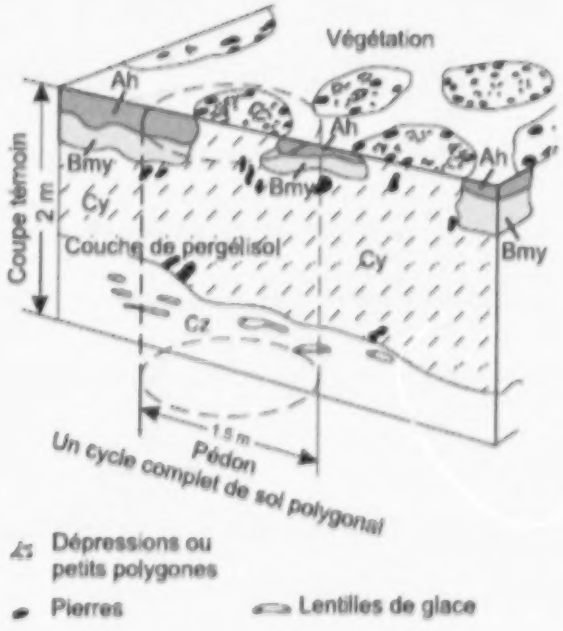


Figure E.2 Pédon d'un cryosol dans une zone de cercles de pierres non triées

E.1.3 Horizons et profils pédologiques

Comme il est indiqué dans les deux sous-sections qui précèdent, les sols sont classés d'après les similitudes et/ou les différences observées entre leurs propriétés. Ces dernières reflètent l'action et l'interaction des processus de pédogenèse dans le temps, lesquels ont pour effet cumulatif le développement ou la dégradation des horizons pédologiques. Dans un profil de sol, les horizons prennent généralement la forme de couches superposées de matière minérale ou organique. Les principaux horizons minéraux sont les horizons A, B et C; les principaux horizons organiques sont les horizons L, F et H (litière forestière surtout) ou O (végétation des milieux humides principalement). L'ajout de suffixes minuscules ou numériques au symbole du principal horizon[58] (p. ex., Ah) permet de définir des sous-horizons. On trouvera dans AAC (1998) la liste complète des suffixes employés dans le SCCS.

Un profil pédologique est habituellement ce qu'on observe et/ou échantillonne *in situ* afin de déterminer la classification d'un sol. La figure E.3 illustre un profil de sol. Des diagrammes de profils caractéristiques de chaque ordre de sols sont présentés dans AAC (1998).

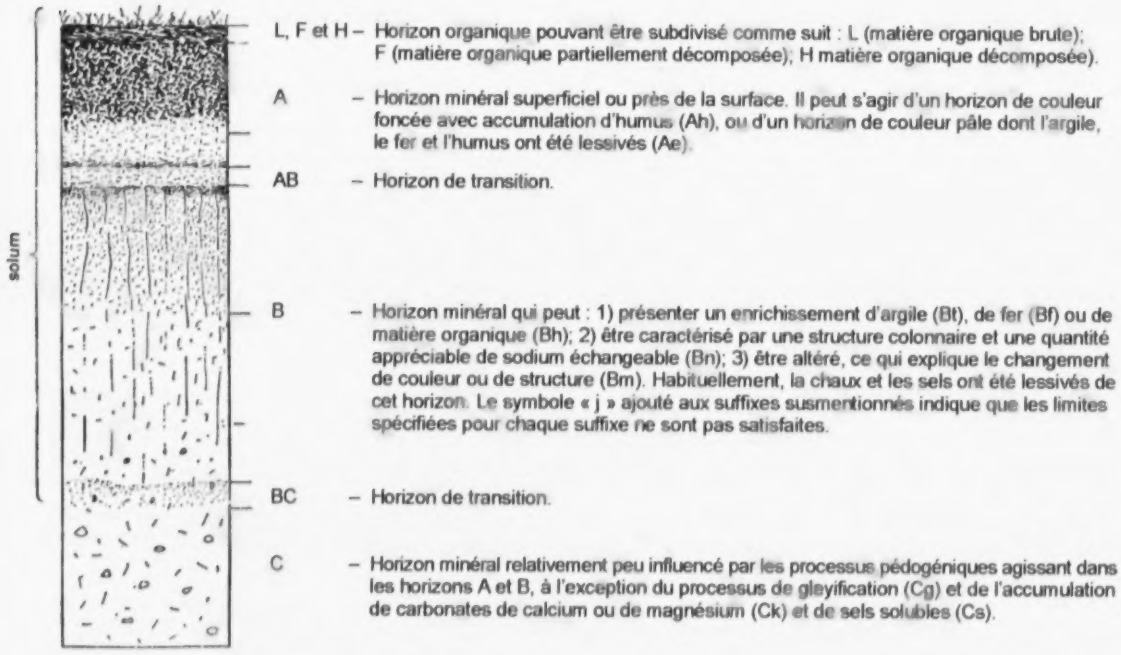


Figure E.3 Exemple d'un profil de sol (Université de l'Alberta, 1975)

[58] Dans certaines régions du Canada, la classification des sols est encore plus détaillée que celle fondée sur le SCCS. C'est notamment le cas de la Colombie-Britannique (v. Luttmerding et coll., 1990).

E.2 Ordres de sols du Canada

Le SCCS (AAC, 1998) classe les sols des paysages canadiens selon les dix ordres de sols suivants : brunisolique, chernozémique, cryosolique, gleysolique, luvisolique, organique, podzolique, régosolique, solonetzique et vertisolique. La plupart des dix ordres de sols prédominent dans l'un ou l'autre des grands écosystèmes suivants : forêts, prairies et toundra. Ils ont donc une répartition géographique définie. Le tableau E.1 présente les ordres de sols en fonction de l'écosystème où ils prédominent et de leur horizon diagnostique (il peut y en avoir plus d'un); chaque ordre y est aussi décrit brièvement. Les photographies de deux profils pédologiques de chaque ordre apparaissent à la figure E.4. La répartition géographique de chaque ordre de sols est illustrée à la figure E.5, selon la même présentation qu'au tableau E.1.

Tableau E.1 Ordres de sols définis dans le Système canadien de classification des sols, écosystème où ils prédominent, horizon diagnostique et brève description

Ordre de sols	Principal écosystème	Horizon diagnostique[1]	Description/observations[2]
Brunisolique	Sols forestiers	B (Bm)	Même si leur degré de développement est légèrement supérieur à celui des sols régosoliques, les sols brunisoliques ne satisfont pas aux critères des autres ordres de sols. En règle générale, ces sols peu développés se sont formés sur des matériaux sableux et présentent une faible teneur en argile et en fer.
Luvisolique	Sols forestiers	B (Bt)	L'horizon diagnostique Bt se forme à partir de la dispersion de l'argile dans le profil pédologique, de l'horizon A (éluviation) à l'horizon B (illuviation). Les sols luvisoliques ont tendance à se former sur des matériaux parentaux provenant de la roche sédimentaire généralement calcaire.
Podzolique	Sols forestiers	B (Bf, Bh, Bhf)	L'horizon diagnostique se forme à partir de l'accumulation de fer et d'aluminium dans l'horizon B. Les sols superficiels ont tendance à être acides et se forment surtout sous une végétation de forêt de conifères. Ils sont généralement plus météorisés et plus lessivés que les sols luvisoliques. Ils se forment sur des matériaux parentaux dérivés de roches ignées.
Organique	Sols de la forêt boréale/des milieux humides	O (Of, Om, Oh)	Les sols organiques se forment à partir de matériaux organiques, généralement dans des milieux saturés à mal drainés. Ils contiennent ≥17 % de carbone organique (en poids). Les matériaux organiques atteignent jusqu'à ≥40-60 cm de profondeur à partir de la surface, ou ≥10 cm en présence d'un contact lithique (roches meubles).
Cryosolique	Sols de la forêt subarctique/sols de l'Arctique et de la toundra	B (By, Bz), C (Cy, Cz) et O (Oz)	Les sols cryosoliques sont associés à la présence de pergélisol à 1 m de la surface, ou à 2 m de la surface si le profil pédologique est cryoturbé (y) (mélange du sol attribuable à l'action du gel). Les sols cryosoliques peuvent être organiques ou minéraux.

Ordre de sols	Principal écosystème	Horizon diagnostique[1]	Description/observations[2]
Gleysolique	Toutes les régions	B (Bg), C (Cg) et, parfois, A (Aeg)	Les sols gleysoliques peuvent se former dans tout sol minéral mal drainé et/ou saturé. La gleyification et la marmorisation sont des caractéristiques diagnostiques attribuables aux conditions réductrices (aérobies) du profil pédologique. Au moins une de ces caractéristiques doit s'observer dans les 50 premiers centimètres de sol dans une bande de ≥10 cm d'épaisseur.
Régosolique	Toutes les régions	Aucun	Les sols régosoliques n'ont pas d'horizon B de ≥5 cm d'épaisseur. Leurs caractéristiques sont semblables avant tout à celles du matériau parental à partir duquel ils se sont formés.
Chernozémique	Sols de prairie et sols de transition prairie-forêt	A (Ah, Ap)	L'horizon diagnostique renferme une accumulation de matière organique provenant de la décomposition des végétaux et doit avoir une épaisseur de ≥10 cm. La plupart des sols chernozémiques servent à la production agricole dans l'Ouest canadien.
Solonetzique	Sols de prairie	B (Bn, Bnt)	L'horizon diagnostique présente un rapport Ca/Na échangeables de ≤10. Cet horizon est le plus souvent prismatique ou colonnaire; il est très dur à l'état sec et présente une faible perméabilité attribuable à son gonflement (forte teneur en argile) lorsqu'il est trempé. Les sols solonetziques se forment généralement sur un matériau parental salin ou renferment des sels provenant d'eaux salines.
Vertisolique	Sols de prairie	B (Bv, Bss) et C (Css)	Les sols vertisoliques sont très localisés au Canada – on les trouve dans les régions à forte teneur en argile (≥60 %). Les processus d'humectation/dessiccation et de gonflement/retrait du sol donnent des sols très perturbés et/ou un délitement visible des matériaux de surface, qui tombent dans les fentes de retrait (horizon vertique, v). En plus d'avoir un horizon vertique, ces sols doivent présenter des faces de glissement dans le premier mètre de sol.

[1] On trouvera dans AAC (1998) une description complète des ordres de sols du SCCS.
[2] Ce tableau a été compilé à partir des sources suivantes : AC, 1977; AAC, 1998; Université de la Saskatchewan, 2009.

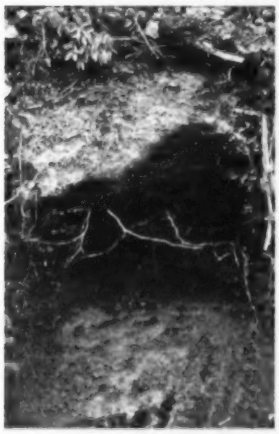
Les photographies de la plupart des profils des dix ordres de sols apparaissant à la figure E.4 ont été reproduites avec la permission du Groupe de travail sur les pédo-paysages du Canada (2007); les deux photographies des vertisols sont une gracieuseté des Presses scientifiques du Conseil national de recherches du Canada (AAC, 1998). Chaque ordre de sol est assorti de deux photographies de profils pédologiques différents. La figure E.5 présente la répartition géographique de chaque ordre de sols. Les cartes ont été reproduites avec la permission de l'Université de la Saskatchewan (2009).

Brunisol dystrique
(nord de la C.-B.)

Brunisol dystrique
(Yukon)

Luvisol gris brunisolique
(nord de la C.-B.)

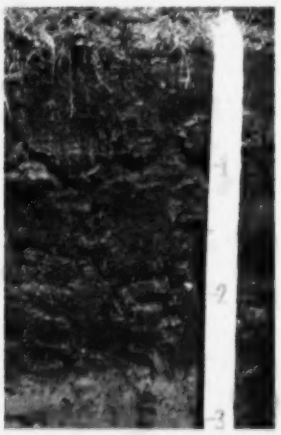
Luvisol gris
(Prairies)



Podzol humique
(sud de l'Ontario
et du Québec)

Podzol humo-ferrique
(nord de la C.-B.)

Fibrisol organique
(Prairies)

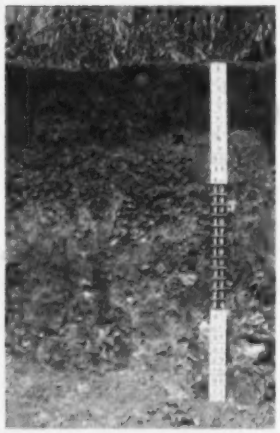


Mésisol
(nord de la C.-B.)

Cryosol turbique
(Yukon)

Cryosol organique
mésique
(T.N.-O.)

Gleysol
(Prairies)



Gleysol en culture
(sud de l'Ontario
et du Québec)

Figure E.4 Profils pédologiques des 10 ordres de sols du Canada

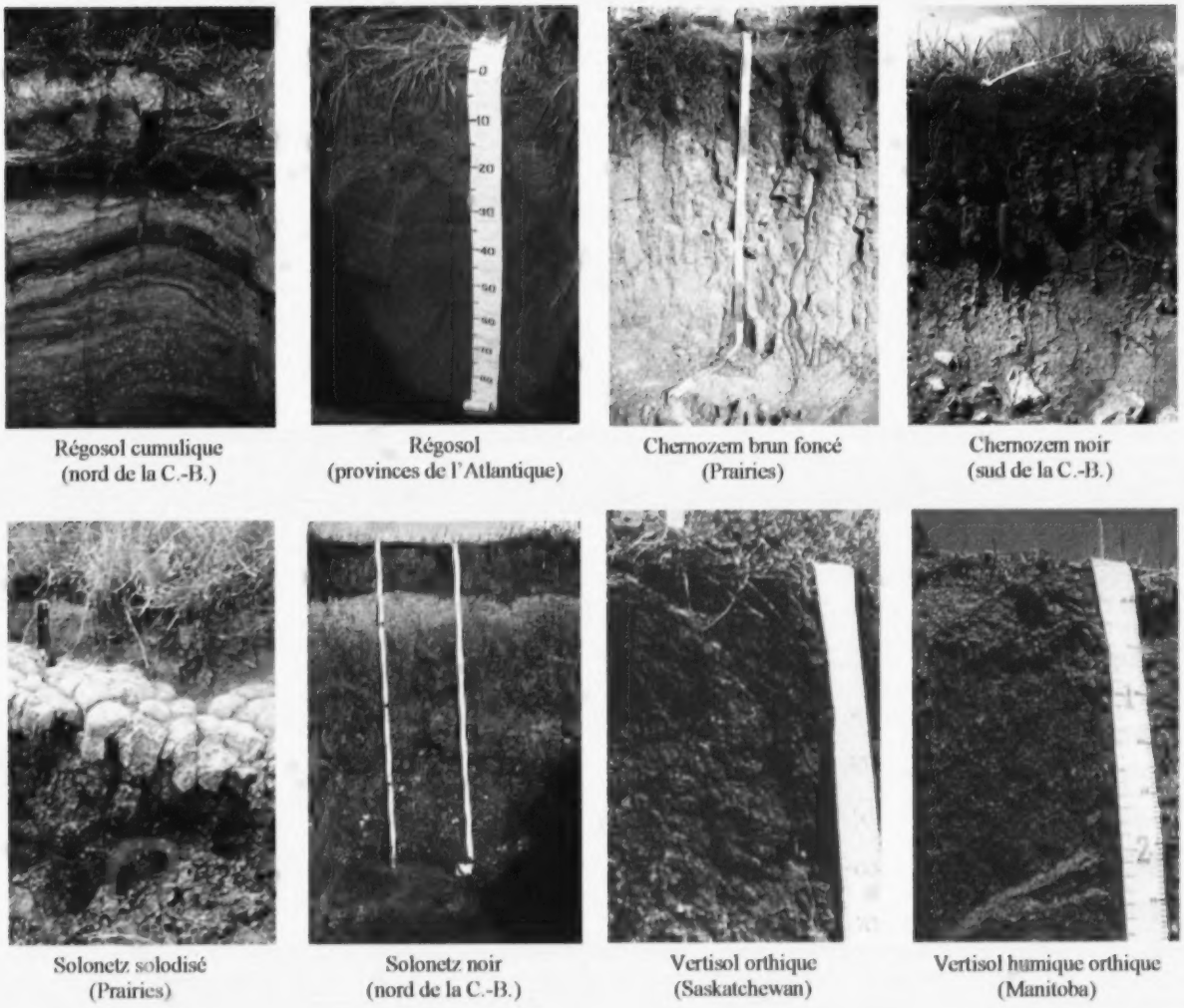


Figure E.4 Profils pédologiques des 10 ordres de sols du Canada *(suite)*

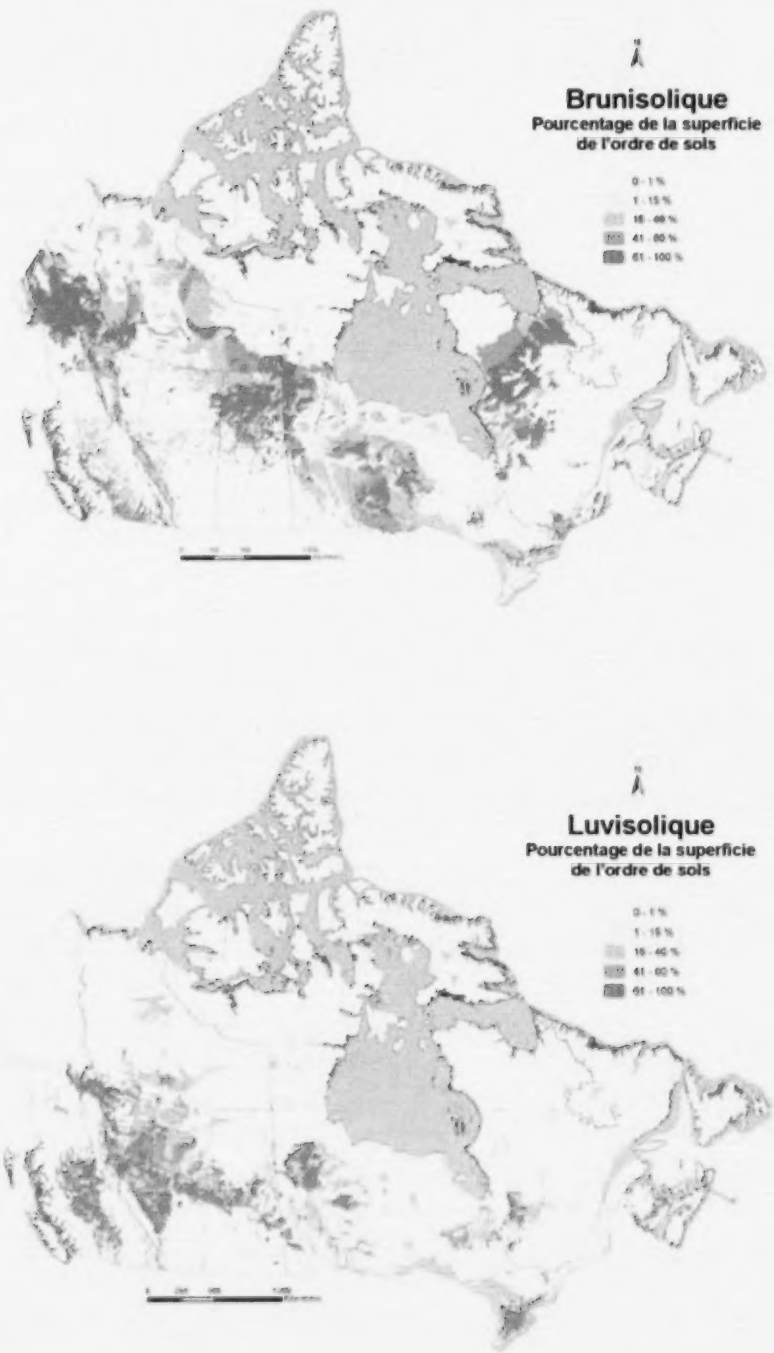
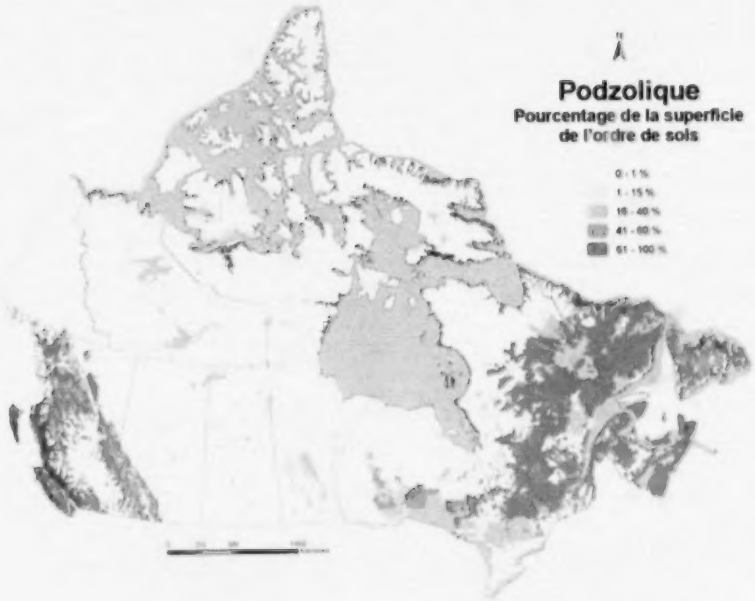


Figure E.5 Répartition géographique des dix ordres de sols du Canada



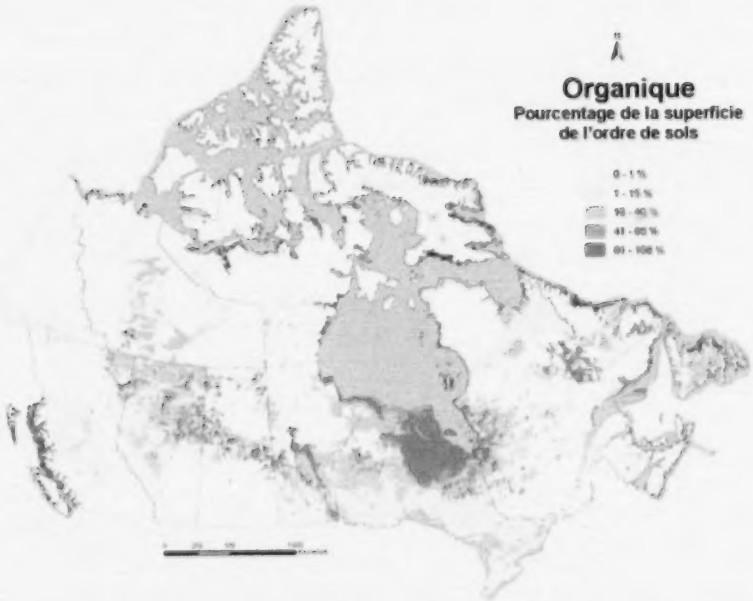
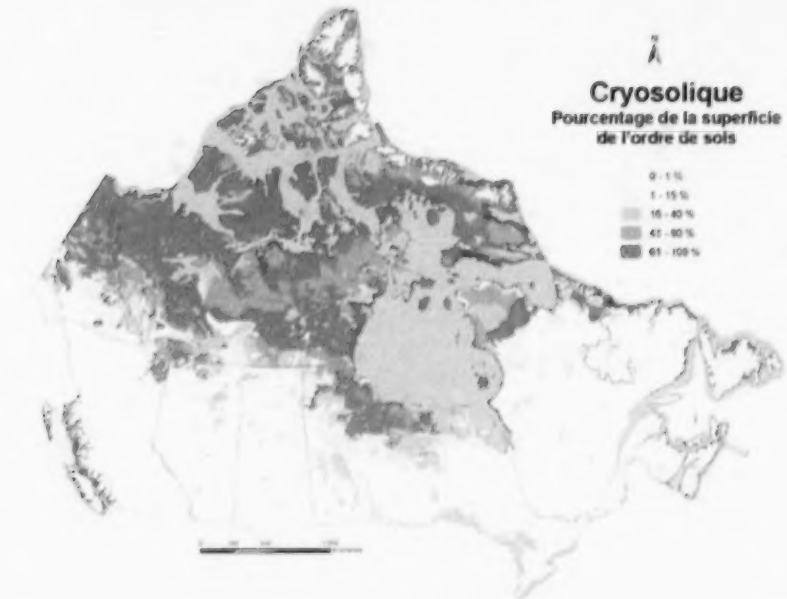


Figure E.5 Répartition géographique des dix ordres de sols du Canada *(suite)*



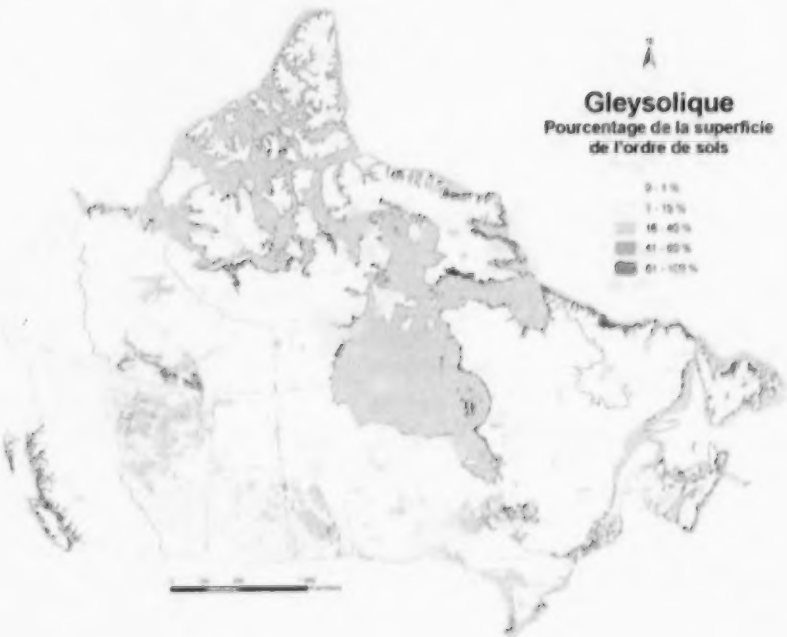


Figure E.5 Répartition géographique des dix ordres de sols du Canada *(suite)*

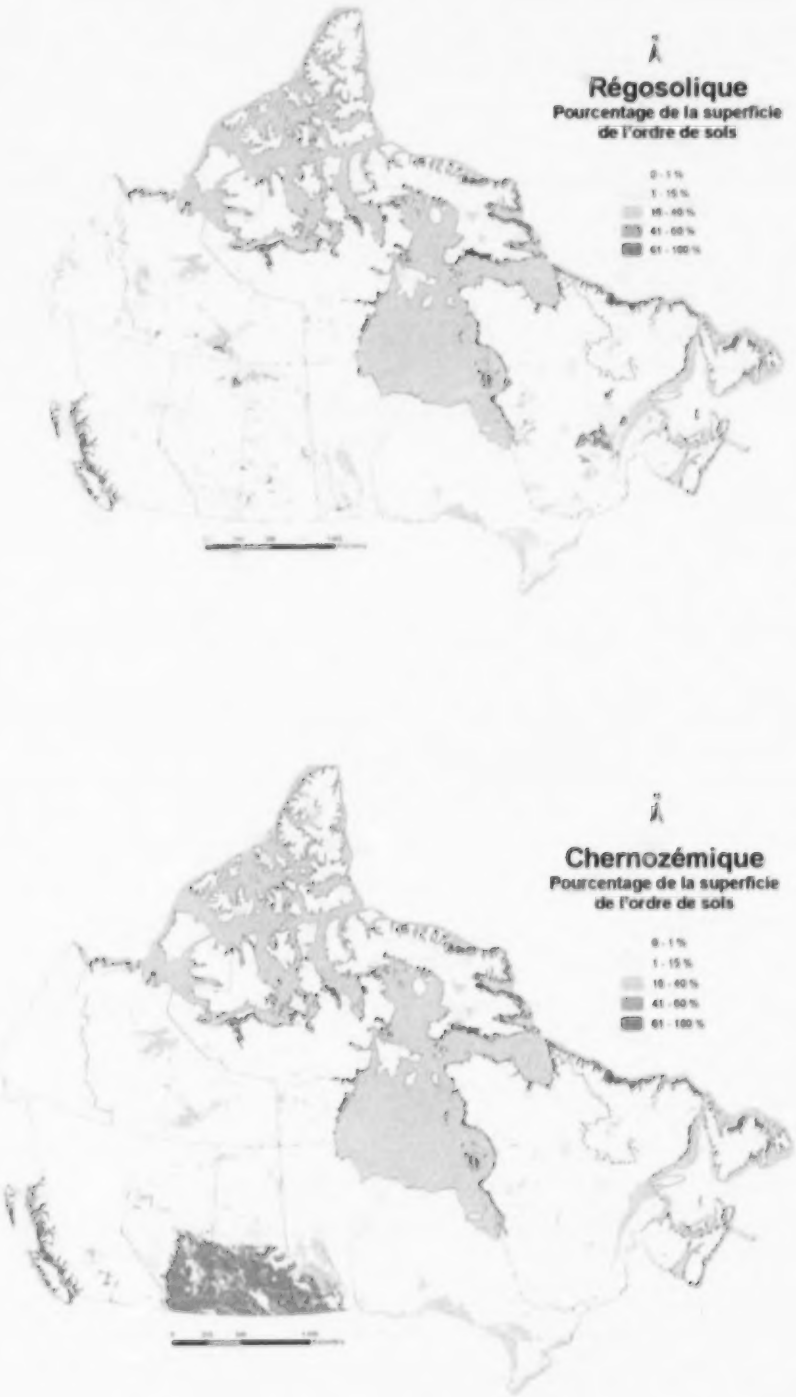
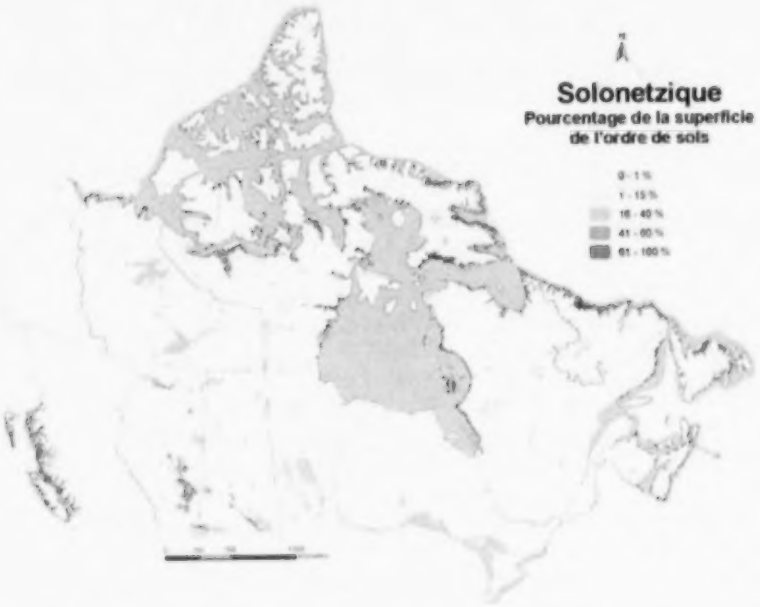


Figure E.5 Répartition géographique des dix ordres de sols du Canada *(suite)*



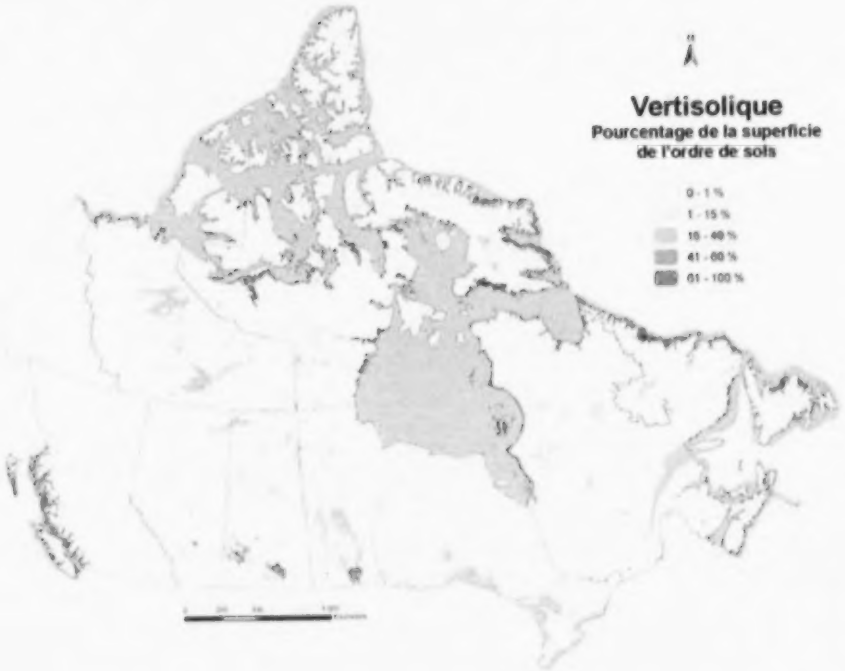


Figure E.5 Répartition géographique des dix ordres de sols du Canada *(suite)*

Annexe F

Sites Web utiles

Tableau F.1 Sites Web à consulter pour obtenir des données documentaires et des renseignements utiles d'ordre pédologique, géologique, géographique et écologique, à l'appui des essais biologiques sur des sols provenant de lieux contaminés

Site Web	Section/ annexe	Adresse
Agrogéomatique – Fournit de l'information en ligne basée sur la géographie pour améliorer la prise de décisions et la gestion des risques dans le domaine agricole et environnemental (Agriculture Canada)	3.3	www4.agr.gc.ca/AAFC-AAC/display-afficher.do?id=1226330737632&lang=fra
Cartographie des écosystèmes forestiers au Canada (Ressources naturelles Canada)	3.3; 6; B; D	https://pfc.cfsnet.nfis.org/mapserver/ecoclimatic_pub/htdocs/ecoclimatic_f.phtml
À partir du site SCFNet		
• Cartographie des écosystèmes forestiers au Canada		https://pfc.cfsnet.nfis.org/mapserver/ecoclimatic_pub/htdocs/ecoclimatic_f.phtml
À partir de l'Atlas du Canada		
• Terres humides		http://atlas.nrcan.gc.ca/site/francais/maps/freshwater/distribution/wetlands
• Diversité des terres humides		http://atlas.nrcan.gc.ca/site/francais/maps/environment/ecology/components/wetlanddiversity
• Écozones terrestres		http://atlas.nrcan.gc.ca/site/francais/maps/environment/ecology/framework/terrestrialecozones
• Diversité de la couverture terrestre		http://atlas.nrcan.gc.ca/site/francais/maps/environment/ecology/components/landcoverdiversity
• Couverture terrestre		http://atlas.nrcan.gc.ca/site/francais/maps/environment/land/landcover
• Utilisation des terrains forestiers productifs		http://atlas.nrcan.gc.ca/site/francais/maps/environment/ecology/humanactivities/productiveforestlanduse
SISCan (Service d'information sur les sols du Canada) (Agriculture et Agroalimentaire Canada)	3.3; 3,6; B; D	http://sis.agr.gc.ca/siscan/intro.html
• Pédo-paysages du Canada		http://sis.agr.gc.ca/siscan/nsdb/slc/index.html.
• Cadre écologique national pour le Canada		http://sis.agr.gc.ca/siscan/nsdb/ecostrat/intro.html.
• Base nationale de données sur les sols		http://sis.agr.gc.ca/siscan/nsdb/index.html
Commission géologique du Canada – outils cartographiques, comme des cartes topographiques (Ressources naturelles Canada)	3.3; D	
• Cartes de référence		http://atlas.nrcan.gc.ca/site/francais/maps/reference/maptopic_view
• Cartes terrestres à plus petite échelle		http://atlas.nrcan.gc.ca/site/francais/maps/topo/index.html

Site Web	Section/ annexe	Adresse
Transport de marchandises dangereuses (Transports Canada)	3.8; 4.3; E	www.tc.gc.ca/fra/tmd/menu.htm
Écozones terrestres du Canada (Parcs Canada)	6; B	www.pc.gc.ca/apprendre-learn/prof/itm2-crp-trc/pdf/ecozone_f.pdf
Centre canadien de télédétection (Ressources naturelles Canada)	B	www.rncan.gc.ca/sciences-terre/accueil
R Foundation for Statistical Computing	C	www.R-project.org

Annexe G

Échantillonneurs

Le tableau G.1 décrit brièvement les caractéristiques, les avantages et les inconvénients des échantillonneurs de sol les plus courants. Les figures G.1 à G.6 présentent des photographies ainsi qu'un diagramme d'échantillonneurs choisis. On trouvera dans ASTM (2005, 2006b) des renseignements plus détaillés que ceux du tableau qui suit.

Tableau G.1 Caractéristiques, avantages et inconvénients de divers échantillonneurs

Dispositif	Type d'échantillon	Type de sol	Volume/ superficie échantillonnable	Profondeur échantillonnable	Avantages	Inconvénients	Références
Pelle, cuillère, truelle, bêche	Perturbé	Tous les types, y compris les sols sableux ou meubles non cohésifs	~0,5-4 L	Sol superficiel/ subsuperficiel peu profond	Prélèvement rapide et facile de gros échantillons ou de blocs de sol; facile à décontaminer	Échantillons susceptibles d'être biaisés à cause de la forme et de l'imprécision du volume prélevé, mais biais réduit au minimum si l'échantillonnage est effectué avec soin	Mason, 1992; CCME, 1993a; Prévost et Antoun, 2008
Châssis d'échantillonnage	Perturbé	Horizon organique, horizon minéral A	100-900 cm^2	Sol superficiel	Moyen efficace de prélever des échantillons représentatifs de sol en vrac	Parfois difficile de récupérer tout le sol à l'intérieur du châssis	Bélanger et Van Rees, 2008
Châssis de référence + cisailles et truelle/pelle	Perturbé	Horizon organique, horizon minéral A	100-900 cm^2	Sol superficiel	Moyen efficace de prélever des échantillons représentatifs de sol en vrac	Parfois difficile de récupérer tout le sol à l'intérieur du châssis	Bélanger et Van Rees, 2008
Emporte-pièce	Intact ou perturbé	Tous les sols cohésifs	0,5-30 cm de diamètre	Sol superficiel, 0-20 cm	Facile d'emploi, carottes bien définies	Moins utile dans le cas de sols perturbés ou d'argile dure	Mason, 1992; ISO, 2002b
Transplantoir	Intact ou perturbé	Tous les sols cohésifs	5,5-7,5 × 11,5 cm de diamètre ~1,5 L	0-15 cm	Grosses carottes; convient mieux pour de plus gros volumes de sol	Inutilisable dans le cas des sols durs	CCME, 1993a; Dalpé et Hamel, 2008

Dispositif	Type d'échantillon	Type de sol	Volume/ superficie échantillonnable	Profondeur échantillonnable	Avantages	Inconvénients	Références
Cylindre coupant (emporte-pièce)	Intact ou perturbé	Sol organique, horizon A	~60-560 cm^2	Sol superficiel	Grosses carottes; échantillonnage efficace d'importants volumes de sol	Peut comprimer légèrement les échantillons	ISO, 2003a; Hélanger et Van Rees, 2008
Carottier à sol (manuel)	Intact ou perturbé	Tous les sols cohésifs	2,5-10 cm de diamètre; 30-60 cm de longueur	0-60 cm	Facile d'emploi; carottes bien définies; facile à nettoyer; utilisation possible d'une gaine ou d'un tube à échantillon	Compactage au moment d'enfoncer le dispositif dans le sol; carottes pas vraiment intactes, sauf si on utilise une gaine	Mason, 1992; CCME, 1993a; USEPA, 2006
Marteau à coulisse	Intact ou perturbé	Tous les sols cohésifs	2,5-10 cm de diamètre; 30-60 cm de longueur	0-60 cm	Facile d'emploi; carottes bien définies; facile à nettoyer; utilisation possible d'une gaine ou d'un tube à échantillon	Compactage au moment d'enfoncer le dispositif dans le sol; carottes pas vraiment intactes, sauf si on utilise une gaine	EC et SRC, 2007
Tarière (manuelle)	Perturbé	Tous les sols cohésifs	2,5-15 cm de longueur	0-60 cm	Facile d'emploi; versions modifiées pour différents types de sols	Échantillon moins bien défini qu'avec un carottier; difficile à décontaminer; modifie la matrice du sol; peut introduire des artefacts dans l'échantillon	Mason, 1992
Cuillère à fente ou échantillonneur à tube	Intact ou perturbé	Tous les sols cohésifs, y compris les sols durs	Variable; ≥10 cm de diamètre et ≥2 kg par échantillon	0-40 cm ou 0 cm jusqu'à l'assise rocheuse	Facile d'emploi; carottes bien définies; utilisation possible d'une gaine; grosses carottes	Carottes profondes pouvant être prélevées seulement avec un équipement de forage	CCME, 1993a; Weinfurtner et Kördel, 2007; ASTM 2008a, 2009b

Dispositif	Type d'échantillon	Type de sol	Volume/ superficie échantillonnable	Profondeur échantillonnable	Avantages	Inconvénients	Références
Carottier Shelby	Intact ou perturbé	Tous les sols cohésifs, y compris les sols durs	Variable; ≥10 cm de diamètre	0-40 cm ou 0 cm jusqu'à l'assise rocheuse	Facile d'emploi; carottes bien définies; utilisation possible d'une gaine	Peut être utilisé avec un équipement de forage pour obtenir des carottes profondes; non durable dans les sols durs ou rocheux	CCME, 1993a
Échantillonneur à piston	Intact ou perturbé	Sols non cohésifs, sols humides, argile humide, tourbe sèche ou humide	Variable	Sol superficiel/ subsuperficiel peu profond	Maintient l'humidité et les matériaux fins dans l'échantillon	Quelque peu difficile à manoeuvrer	Mason, 1992; Sheppard et coll., 1993
Tube carottier à poussée directe (agricole ou GeoProbe[MC])	Intact	Tous les sols cohésifs	Tubes de 5 ou de 7 cm de diamètre et de 1,2 m de longueur[1]; sondes et gaines[2] de taille variable	Sol superficiel	Possibilité d'échantillonner des sables et des limons saturés; échantillons de sol intact servant à la classification des sols	Nécessite l'utilisation d'un équipement de forage; non optimal dans des conditions humides lorsque le sol est pierreux ou a une forte teneur en argile	ASTM (2008a)
Foreuse rotative (tarière à tige creuse, cylindre avec ou sans gaine[2])	Intact	Tous les sols cohésifs et l'assise rocheuse meuble	Variable	Jusqu'à l'assise rocheuse	Possibilité d'échantillonner des sables et des limons saturés	Nécessite l'utilisation d'un équipement de forage; ne convient pas aux sols pierreux; modifie la matrice du sol; peut introduire des artefacts dans l'échantillon	ASTM, 2008a, 2008b, 2008c, 2009b

Dispositif	Type d'échan-tillon	Type de sol	Volume/ superficie échantil-lonnable	Profondeur échantil-lonnable	Avantages	Inconvénients	Références
Foreuse rotative (tarière à tige pleine)	Perturbé	Tous les sols cohésifs; sols gelés; assise rocheuse meuble	Variable; pour l'échantillonnage de contaminants, diamètre de 15 cm habituellement, mais peut être supérieur à cette valeur	Jusqu'à l'assise rocheuse	Facile d'emploi; plus rapide que la tarière à tige creuse; fournit de l'information sur la lithologie en continu	Nécessite l'utilisation d'un équipement de forage; d'usage limité dans un sol pierreux; imprécision possible de la profondeur d'échantil-lonnage à cause de la vrille ascendante; modifie la matrice du sol; peut introduire des artefacts dans l'échantillon	ASTM, 2009a
Carottier à tourbe	Intact ou perturbé	Sol organique	Variable	Sol superficiel	Facile d'emploi; dégage les carottes	Sol superficiel seulement	Sheppard et coll., 1993
Scie à chaîne	Intact ou perturbé	Sol organique gelé	Variable	Sol superficiel/ subsuperficiel peu profond	Facile d'emploi (avec formation)	Contamination croisée possible à cause de l'huile de la scie	Sheppard et coll., 1993; Tarnocai, 1993
Pioche-hache	Perturbé	Sol gelé, pergélisol	Variable	Sol superficiel et subsuperficiel	Facile d'emploi	Peut biaiser l'échantillon	Tarnocai, 1993; USEPA, 2006
Sonde Hoffer	Intact ou perturbé	Sol gelé, tourbe gelée	2,6-4,3 cm de diamètre; 10-15 cm de longueur	1-5 m	Légère, portable, durable; un des rares dispositifs d'échantil-lonnage de sol organique gelé à >0,5 m	Échantillonnage difficile à ≥5 m	Sheppard et coll., 1993; Tarnocai, 1993
Tarière CRREL modifiée	Perturbé	Sol gelé, pergélisol	3,8-7,5 cm de diamètre	1-5 m	Robuste; facile d'emploi	Carottes susceptibles de rester dans le sol – doivent être enlevées avec un extracteur	Tarnocai, 1993

[1] Unités impériales converties en unités métriques aux fins du présent tableau.
[2] Gaine en Téflon[MC], poly(chlorure de vinyle), laiton ou acier inoxydable; longueurs variant de 2,54 cm à 1,2 m.

Figure G.1 **Marteau à coulisse (A), point d'échantillonnage (B) et carotte de sol une fois le manchon en plastique retiré de l'échantillonneur (C)** (photos : EC et SRC, 2007)

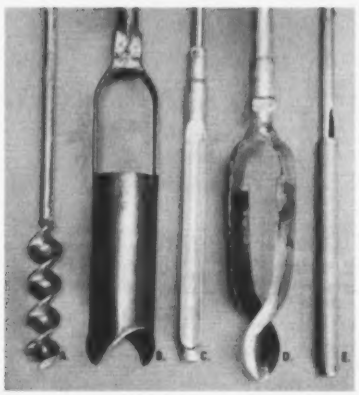


Figure G.2 **Exemples choisis d'échantillonneurs manuels (A. vrille; B. cylindre; C. sonde; D. « hollandais »; E. à tourbe)** (photo : Soil Survey Division Staff, 1993)

Dispositif à poussée directe

Foreuse rotative

Tarière à tige creuse

Cylindre fendu de ~45 cm, avec
gaine en acier inoxydable de ~15 cm

Figure G.3 Échantillonnage du sol à l'aide d'un équipement de forage (photos : K. Bessie et N. Harckham)

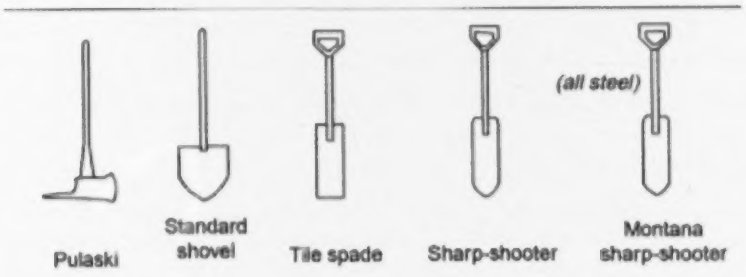


Figure G.4 Exemples choisis d'échantillonneurs manuels de terrain (hache et pelles)
(photo : Schoeneberger et coll., 2002)

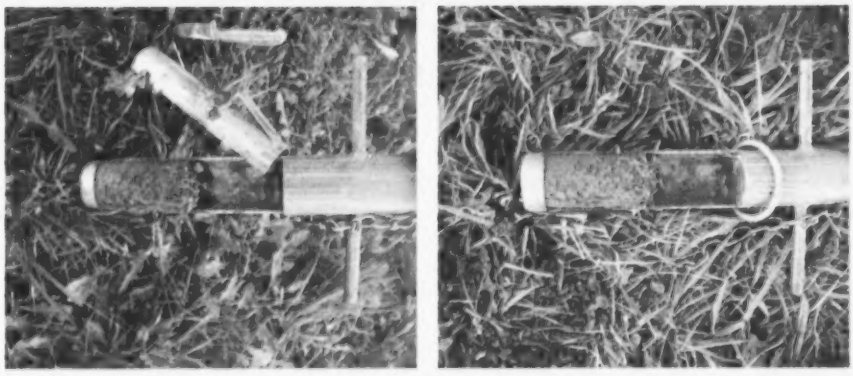


Figure G.5 Carottier fendu (photos : J. Römbke)

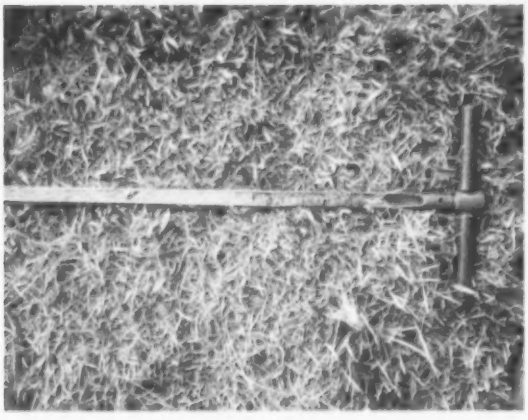


Figure G.6 Carottier Pirkhauer (photo : J. Römbke)

Annexe H

Récipients à échantillon

Le tableau H.1 renferme une liste des types de récipients recommandés pour les échantillons de sol destinés à des essais biologiques.

Tableau H.1 Récipients recommandés pour les échantillons de sol destinés à des essais biologiques

Récipient	Volume de l'échantillon	Contamination	Avantages	Inconvénients
Seau en polyéthylène haute densité (PEHD)	10-20 L	Substances inorganiques Substances organiques météorisées Composés semi-volatils Sols de référence	Largement disponible Peu coûteux Robuste Convient à l'entreposage à long terme	Ne convient pas aux COV
Seau en acier inoxydable avec couvercle à fermeture instantanée	5-20 L	Substances inorganiques (sauf les métaux) Substances organiques Composés semi-volatils COV	En vente sur le marché Prix raisonnable Robuste Convient aux COV Convient à l'entreposage à long terme	Nécessite un équipement spécial d'obturation
Sac en plastique	≤60 L	Substances inorganiques	Peut servir à garnir un seau renfermant des échantillons contaminés par des substances inorganiques (sacs de polyéthylène)	Non robuste
Sac en plastique Téflon[MC]	≤60 L	Substances inorganiques Substances organiques	Chimiquement inerte et résistant aux solvants de la plupart des substances chimiques Peut servir à garnir un seau ou comme récipient à échantillon	Non robuste
Bocal en verre à large ouverture, avec bague en plastique et couvercle en PEHD	0,125-2 L	Substances inorganiques Substances organiques Composés semi-volatils COV	Largement disponible Peu coûteux Convient à l'entreposage à long terme	Ne contient que de très petits échantillons Non robuste
Bocal en plastique à large ouverture, avec bague en plastique et couvercle en PEHD	0,125-4 L	Substances inorganiques Substances organiques météorisées	Largement disponible Peu coûteux Robuste Convient à l'entreposage à long terme	Ne contient que de très petits échantillons Ne convient pas aux substances organiques non météorisées

Annexe I

Formulaire de la chaîne de conservation

(V. page suivante)

FORMULAIRE DE LA CHAÎNE DE CONSERVATION

Adresse d'expédition : NOM DU LABORATOIRE

ADRESSE DU LABORATOIRE

Téléphone : Télécopieur :

N° de projet du laboratoire

N° de commande :
Échantillon prélevé par :
Signature :
Affiliation :
Préparation et entreposage (avant l'expédition) :
Échantillon cédé par :
Date et heure de l'expédition :

Client :
Téléphone :
Télécopieur :
Personne-ressource :

Identification de l'échantillon					Essais demandés																					Type d'échantillon et volume		
Prélèvement																												
Date (aaaa-mm-jj)	Heure (ex., 14:30, sur 24 h)		N° d'éch. du labo.	Temp. à l'arrivée (°C)																						Carotte	Échantillon composite	N^bre de contenants et volume (ex., 2×20 L)

212

À l'usage du laboratoire
Reçu par :
Date :
Heure :
Lieu d'entreposage :
Température d'entreposage (°C) :

Détails ou instructions spéciales

	Nom (lettres moulées)	Signature	Date/heure
Cédé par :			
Reçu par :			
Cédé par :			
Reçu par :			
Cédé par :			
Reçu par :			

Annexe J

Tables statistiques

Tableau J.1 Distribution normale[59] (probabilité Z > valeur indiquée dans la marge)

Exemple : probabilité Z > 1,96 = 0,025

Z	0	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
0	0,5000	0,4960	0,4920	0,4880	0,4840	0,4801	0,4761	0,4721	0,4681	0,4641
0,1	0,4602	0,4562	0,4522	0,4483	0,4443	0,4404	0,4364	0,4325	0,4286	0,4247
0,2	0,4207	0,4168	0,4129	0,4090	0,4052	0,4013	0,3974	0,3936	0,3897	0,3859
0,3	0,3821	0,3783	0,3745	0,3707	0,3669	0,3632	0,3594	0,3557	0,3520	0,3483
0,4	0,3446	0,3409	0,3372	0,3336	0,3300	0,3264	0,3228	0,3192	0,3156	0,3121
0,5	0,3085	0,3050	0,3015	0,2981	0,2946	0,2912	0,2877	0,2843	0,2810	0,2776
0,6	0,2743	0,2709	0,2676	0,2643	0,2611	0,2578	0,2546	0,2514	0,2483	0,2451
0,7	0,2420	0,2389	0,2358	0,2327	0,2296	0,2266	0,2236	0,2206	0,2177	0,2148
0,8	0,2119	0,2090	0,2061	0,2033	0,2005	0,1977	0,1949	0,1922	0,1894	0,1867
0,9	0,1841	0,1814	0,1788	0,1762	0,1736	0,1711	0,1685	0,1660	0,1635	0,1611
1	0,1587	0,1562	0,1539	0,1515	0,1492	0,1469	0,1446	0,1423	0,1401	0,1379
1,1	0,1357	0,1335	0,1314	0,1292	0,1271	0,1251	0,1230	0,1210	0,1190	0,1170
1,2	0,1151	0,1131	0,1112	0,1093	0,1075	0,1056	0,1038	0,1020	0,1003	0,0985
1,3	0,0968	0,0951	0,0934	0,0918	0,0901	0,0885	0,0869	0,0853	0,0838	0,0823
1,4	0,0808	0,0793	0,0778	0,0764	0,0749	0,0735	0,0721	0,0708	0,0694	0,0681
1,5	0,0668	0,0655	0,0643	0,0630	0,0618	0,0606	0,0594	0,0582	0,0571	0,0559
1,6	0,0548	0,0537	0,0526	0,0516	0,0505	0,0495	0,0485	0,0475	0,0465	0,0455
1,7	0,0446	0,0436	0,0427	0,0418	0,0409	0,0401	0,0392	0,0384	0,0375	0,0367
1,8	0,0359	0,0351	0,0344	0,0336	0,0329	0,0322	0,0314	0,0307	0,0301	0,0294
1,9	0,0287	0,0281	0,0274	0,0268	0,0262	0,0256	0,0250	0,0244	0,0239	0,0233
2	0,0228	0,0222	0,0217	0,0212	0,0207	0,0202	0,0197	0,0192	0,0188	0,0183
2,1	0,0179	0,0174	0,0170	0,0166	0,0162	0,0158	0,0154	0,0150	0,0146	0,0143
2,2	0,0139	0,0136	0,0132	0,0129	0,0125	0,0122	0,0119	0,0116	0,0113	0,0110
2,3	0,0107	0,0104	0,0102	0,0099	0,0096	0,0094	0,0091	0,0089	0,0087	0,0084
2,4	0,0082	0,0080	0,0078	0,0075	0,0073	0,0071	0,0069	0,0068	0,0066	0,0064
2,5	0,0062	0,0060	0,0059	0,0057	0,0055	0,0054	0,0052	0,0051	0,0049	0,0048
2,6	0,0047	0,0045	0,0044	0,0043	0,0041	0,0040	0,0039	0,0038	0,0037	0,0036
2,7	0,0035	0,0034	0,0033	0,0032	0,0031	0,0030	0,0029	0,0028	0,0027	0,0026
2,8	0,0026	0,0025	0,0024	0,0023	0,0023	0,0022	0,0021	0,0021	0,0020	0,0019
2,9	0,0019	0,0018	0,0018	0,0017	0,0016	0,0016	0,0015	0,0015	0,0014	0,0014
3	0,0013	0,0013	0,0013	0,0012	0,0012	0,0011	0,0011	0,0011	0,0010	0,0010
3,1	0,0010	0,0009	0,0009	0,0009	0,0008	0,0008	0,0008	0,0008	0,0007	0,0007
3,2	0,0007	0,0007	0,0006	0,0006	0,0006	0,0006	0,0006	0,0005	0,0005	0,0005
3,3	0,0005	0,0005	0,0005	0,0004	0,0004	0,0004	0,0004	0,0004	0,0004	0,0003
3,4	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0002
3,5	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002
3,6	0,0002	0,0002	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001

[59] Générée à l'aide de la fonction pnorm (R Development Core Team, 2008).

Tableau J.2 Distribution-t[60] [degrés de liberté (v) = 1 - 30]

Probabilité d'obtenir une valeur absolue plus élevée de t (bilatéral)

v	0,5	0,4	0,3	0,2	0,1	0,05	0,02	0,01	0,001
1	1,000	1,376	1,963	3,078	6,314	12,706	31,821	63,657	636,619
2	0,816	1,061	1,386	1,886	2,920	4,303	6,965	9,925	31,599
3	0,765	0,978	1,250	1,638	2,353	3,182	4,541	5,841	12,924
4	0,741	0,941	1,190	1,533	2,132	2,776	3,747	4,604	8,610
5	0,727	0,920	1,156	1,476	2,015	2,571	3,365	4,032	6,869
6	0,718	0,906	1,134	1,440	1,943	2,447	3,143	3,707	5,959
7	0,711	0,896	1,119	1,415	1,895	2,365	2,998	3,499	5,408
8	0,706	0,889	1,108	1,397	1,860	2,306	2,896	3,355	5,041
9	0,703	0,883	1,100	1,383	1,833	2,262	2,821	3,250	4,781
10	0,700	0,879	1,093	1,372	1,812	2,228	2,764	3,169	4,587
11	0,697	0,876	1,088	1,363	1,796	2,201	2,718	3,106	4,437
12	0,695	0,873	1,083	1,356	1,782	2,179	2,681	3,055	4,318
13	0,694	0,870	1,079	1,350	1,771	2,160	2,650	3,012	4,221
14	0,692	0,868	1,076	1,345	1,761	2,145	2,624	2,977	4,140
15	0,691	0,866	1,074	1,341	1,753	2,131	2,602	2,947	4,073
16	0,690	0,865	1,071	1,337	1,746	2,120	2,583	2,921	4,015
17	0,689	0,863	1,069	1,333	1,740	2,110	2,567	2,898	3,965
18	0,688	0,862	1,067	1,330	1,734	2,101	2,552	2,878	3,922
19	0,688	0,861	1,066	1,328	1,729	2,093	2,539	2,861	3,883
20	0,687	0,860	1,064	1,325	1,725	2,086	2,528	2,845	3,850
21	0,686	0,859	1,063	1,323	1,721	2,080	2,518	2,831	3,819
22	0,686	0,858	1,061	1,321	1,717	2,074	2,508	2,819	3,792
23	0,685	0,858	1,060	1,319	1,714	2,069	2,500	2,807	3,768
24	0,685	0,857	1,059	1,318	1,711	2,064	2,492	2,797	3,745
25	0,684	0,856	1,058	1,316	1,708	2,060	2,485	2,787	3,725
26	0,684	0,856	1,058	1,315	1,706	2,056	2,479	2,779	3,707
27	0,684	0,855	1,057	1,314	1,703	2,052	2,473	2,771	3,690
28	0,683	0,855	1,056	1,313	1,701	2,048	2,467	2,763	3,674
29	0,683	0,854	1,055	1,311	1,699	2,045	2,462	2,756	3,659
30	0,683	0,854	1,055	1,310	1,697	2,042	2,457	2,750	3,646
	0,25	0,2	0,15	0,1	0,05	0,025	0,01	0,005	5E-04

Probabilité d'obtenir une valeur positive plus élevée de t (unilatéral)

[60] Générée à l'aide de la fonction qt (R Development Core Team, 2008).

Tableau J.3 Distribution-*t*[61] [degrés de liberté (v) = 31 - 60]

	Probabilité d'obtenir une valeur absolue plus élevée de *t* (bilatéral)								
v	**0,5**	**0,4**	**0,3**	**0,2**	**0,1**	**0,05**	**0,02**	**0,01**	**0,001**
31	0,682	0,853	1,054	1,309	1,696	2,040	2,453	2,744	3,633
32	0,682	0,853	1,054	1,309	1,694	2,037	2,449	2,738	3,622
33	0,682	0,853	1,053	1,308	1,692	2,035	2,445	2,733	3,611
34	0,682	0,852	1,052	1,307	1,691	2,032	2,441	2,728	3,601
35	0,682	0,852	1,052	1,306	1,690	2,030	2,438	2,724	3,591
36	0,681	0,852	1,052	1,306	1,688	2,028	2,434	2,719	3,582
37	0,681	0,851	1,051	1,305	1,687	2,026	2,431	2,715	3,574
38	0,681	0,851	1,051	1,304	1,686	2,024	2,429	2,712	3,566
39	0,681	0,851	1,050	1,304	1,685	2,023	2,426	2,708	3,558
40	0,681	0,851	1,050	1,303	1,684	2,021	2,423	2,704	3,551
41	0,681	0,850	1,050	1,303	1,683	2,020	2,421	2,701	3,544
42	0,680	0,850	1,049	1,302	1,682	2,018	2,418	2,698	3,538
43	0,680	0,850	1,049	1,302	1,681	2,017	2,416	2,695	3,532
44	0,680	0,850	1,049	1,301	1,680	2,015	2,414	2,692	3,526
45	0,680	0,850	1,049	1,301	1,679	2,014	2,412	2,690	3,520
46	0,680	0,850	1,048	1,300	1,679	2,013	2,410	2,687	3,515
47	0,680	0,849	1,048	1,300	1,678	2,012	2,408	2,685	3,510
48	0,680	0,849	1,048	1,299	1,677	2,011	2,407	2,682	3,505
49	0,680	0,849	1,048	1,299	1,677	2,010	2,405	2,680	3,500
50	0,679	0,849	1,047	1,299	1,676	2,009	2,403	2,678	3,496
51	0,679	0,849	1,047	1,298	1,675	2,008	2,402	2,676	3,492
52	0,679	0,849	1,047	1,298	1,675	2,007	2,400	2,674	3,488
53	0,679	0,848	1,047	1,298	1,674	2,006	2,399	2,672	3,484
54	0,679	0,848	1,046	1,297	1,674	2,005	2,397	2,670	3,480
55	0,679	0,848	1,046	1,297	1,673	2,004	2,396	2,668	3,476
56	0,679	0,848	1,046	1,297	1,673	2,003	2,395	2,667	3,473
57	0,679	0,848	1,046	1,297	1,672	2,002	2,394	2,665	3,470
58	0,679	0,848	1,046	1,296	1,672	2,002	2,392	2,663	3,466
59	0,679	0,848	1,046	1,296	1,671	2,001	2,391	2,662	3,463
60	0,679	0,848	1,045	1,296	1,671	2,000	2,390	2,660	3,460
∞	0,674	0,842	1,036	1,282	1,645	1,960	2,326	2,576	3,291
	0,25	**0,2**	**0,15**	**0,1**	**0,05**	**0,025**	**0,01**	**0,005**	**5E-04**
	Probabilité d'obtenir une valeur positive plus élevée de *t* (unilatéral)								

[61] Générée à l'aide de la fonction qt (R Development Core Team, 2008).

www.ec.gc.ca

Pour des renseignements supplémentaires :

Environnement Canada
Informathèque
10, rue Wellington, 23e étage
Gatineau (Québec) K1A 0H3
Téléphone : 1-800-668-6767 (au Canada seulement) ou 819-997-2800
Télécopieur : 819-994-1412
ATS : 819-994-0736
Courriel : enviroinfo@ec.gc.ca